



# Antennes miniatures et reconfigurables utilisant des matériaux diélectriques et ferroélectriques oxydes et oxynitrures en couches minces

Viet Hung Nguyen

## ► To cite this version:

Viet Hung Nguyen. Antennes miniatures et reconfigurables utilisant des matériaux diélectriques et ferroélectriques oxydes et oxynitrures en couches minces. Autre. Université de Rennes, 2013. Français. NNT : 2013REN1S044 . tel-00866988

**HAL Id: tel-00866988**

**<https://theses.hal.science/tel-00866988>**

Submitted on 17 Apr 2014

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



**THÈSE / UNIVERSITÉ DE RENNES 1**  
*sous le sceau de l'Université Européenne de Bretagne*

pour le grade de  
**DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE RENNES 1**  
*Mention : Traitement du Signal et Télécommunications*

**Ecole doctorale MATISSE**

présentée par  
**Viet Hung NGUYEN**

Préparée à l'unité de recherche UMR - CNRS 6164, IETR  
Institut d'Électronique et de Télécommunications de Rennes

**Antennes miniatures  
et reconfigurables  
utilisant  
des matériaux  
diélectriques et  
ferroélectriques  
oxydes et oxynitrures  
en couches minces**

**Thèse soutenue à Grenoble le 24 Mai 2013**

devant le jury composé de :

**TANNE Gérard**

Professeur, Lab-STICC, Université de Bretagne Occidentale /  
*Rapporteur*

**VUONG Tân-Phu**

Professeur, IMEP-LAHC, Grenoble INP / *Rapporteur*

**AUBERT Hervé**

Professeur, LAAS, Institut National Polytechnique de Toulouse  
/ *Examineur*

**FASQUELLE Didier**

Maitre de conférences HDR, UDSMM, Université du Littoral-  
Côte d'Opale / *Examineur*

**GUNDEL Hartmut**

Professeur, IETR, Université de Nantes / *Examineur*

**BENZERGA Ratiba**

Maitre de conférences, IETR, Université de Rennes 1 / *Co-  
directrice de thèse*

**DELAVEAUD Christophe**

Docteur HDR, CEA Leti Grenoble / *Co-encadrant de thèse*

**SHARAIHA Ala**

Professeur, IETR, Université de Rennes 1 / *Directeur de thèse*

**LE PAVEN Claire**

Maitre de conférences, IETR, Université de Rennes 1 / *Invitée*











**THÈSE / UNIVERSITÉ DE RENNES 1**  
*sous le sceau de l'Université Européenne de Bretagne*

pour le grade de  
**DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE RENNES 1**  
*Mention : Traitement du Signal et Télécommunications*

**Ecole doctorale MATISSE**

présentée par  
**Viet Hung NGUYEN**

Préparée à l'unité de recherche UMR - CNRS 6164, IETR  
Institut d'Électronique et de Télécommunications de Rennes

**Antennes miniatures  
et reconfigurables  
utilisant  
des matériaux  
diélectriques et  
ferroélectriques  
oxydes et oxynitrures  
en couches minces**

**Thèse soutenue à Grenoble le 24 Mai 2013**

devant le jury composé de :

**TANNE Gérard**

Professeur, Lab-STICC, Université de Bretagne Occidentale /  
*Rapporteur*

**VUONG Tân-Phu**

Professeur, IMEP-LAHC, Grenoble INP / *Rapporteur*

**AUBERT Hervé**

Professeur, LAAS, Institut National Polytechnique de Toulouse  
/ *Examineur*

**FASQUELLE Didier**

Maitre de conférences HDR, UDSMM, Université du Littoral-  
Côte d'Opale / *Examineur*

**GUNDEL Hartmut**

Professeur, IETR, Université de Nantes / *Examineur*

**BENZERGA Ratiba**

Maitre de conférences, IETR, Université de Rennes 1 / *Co-  
directrice de thèse*

**DELAVEAUD Christophe**

Docteur HDR, CEA Leti Grenoble / *Co-encadrant de thèse*

**SHARAIHA Ala**

Professeur, IETR, Université de Rennes 1 / *Directeur de thèse*

**LE PAVEN Claire**

Maitre de conférences, IETR, Université de Rennes 1 / *Invitée*



*“Vision without execution is just hallucination”*

*- Henry Ford -*



## **Remerciements**

*Cette thèse a été réalisée à l'Institut d'Electronique et des Télécommunications de Rennes (IETR / Université de Rennes 1) sur le site délocalisé du département 'Science et Génie des Matériaux' de l'IUT de Saint-Brieuc, et s'est déroulée principalement au CEA-LETI (Laboratoire d'Electronique et de Technologie de l'Information) à Grenoble, dans l'équipe DSIS/STCS/LAP (Laboratoire d'Antenne et Propagation). Je remercie M. Roland BLANPAIN, chef du département DSIS (Département Systèmes et Intégrations de Solution) et M. Laurent HERAULT chef du laboratoire STCS du CEA-LETI, et les directeurs successifs de l'IETR, M. le Professeur Daniel THOUROUDE, puis M. le Professeur Eric POTTIER, ainsi que M. Jacques BERTHOUX, directeur de l'IUT de Saint-Brieuc, pour m'avoir accueilli durant mes années de thèse et m'avoir permis de travailler dans de très bonnes conditions et enfin de m'avoir soutenu en mettant à ma disposition tous les moyens nécessaires au bon déroulement de ma thèse.*

*J'exprime toute ma reconnaissance à Monsieur Hervé AUBERT, Professeur à l'Institut National Polytechnique de Toulouse, qui m'a fait l'honneur de présider le jury de cette thèse. En acceptant d'être les rapporteurs de mon travail, Monsieur Gérard TANNE, Professeur de l'Université de Bretagne Occidentale, et Monsieur Tân-Phu VUONG, Professeur à Grenoble INP, m'ont fait un grand honneur. Qu'ils trouvent ici toute ma gratitude.*

*Je tiens aussi à remercier Monsieur Didier FASQUELLE, Maître de conférences HDR de l'Université du Littoral-Côte d'Opale et Monsieur Hartmut GUNDEL, Professeur à l'Université de Nantes, pour avoir participé à ce jury et examiner ma thèse.*

*Je remercie particulièrement Monsieur Christophe DELAVEAUD, Ingénieur responsable de l'équipe LAP au CEA-LETI, pour m'avoir accueilli dans son équipe de recherche ainsi que pour l'encadrement de mes travaux durant ces trois années de thèse. Je le remercie particulièrement pour sa disponibilité, sa patience et pour la grande confiance qu'il m'a constamment accordée.*

*Je suis heureux de pouvoir exprimer ici mes remerciements très sincères à Monsieur le Professeur Ala SHARAIHA qui a accepté de prendre la direction de mes travaux, malgré la distance entre Grenoble et Rennes. Les nombreuses discussions et réflexions menées*

*ensemble furent très instructives et fort enrichissantes. Sa réactivité et son expérience ont participé au succès de ces travaux. Un grand merci à ma co-directrice de thèse, Madame Ratiba BENZERGA, qui par ses conseils et son soutien chaleureux m'a aidé et encouragé tout au long de ma thèse.*

*J'exprime ma profonde gratitude à l'ensemble des membres de l'équipe Matériaux Fonctionnels de l'IETR à Saint Brieuc, et spécialement Madame Claire LE PAVEN-THIVET et mon collègue Lu YU, qui m'ont fourni des échantillons de grande qualité pour réaliser la partie expérimentale de mes travaux de thèse et notamment les antennes miniatures à base de couches minces LTO. Je les remercie aussi de m'avoir fait profiter de leurs connaissances en science des matériaux. Je remercie chaleureusement M. Xavier CASTEL, qui m'a formé sur la photolithographie et pour les moments très amicaux durant mes séjours à Saint Brieuc.*

*Je ne saurais oublier dans ce remerciement l'ensemble des membres de l'Equipe Matériaux Fonctionnels de l'IETR de l'Université de Nantes, M. Hartmut GUNDEL et Madame Caroline BORDERON, pour la réalisation et la fourniture de nombreux échantillons BST, qui nous ont permis de réaliser les prototypes d'antennes.*

*Que tous les chercheurs du laboratoire LAP, en particulier Lionel, Serge, Raffaele, LaurentD., Jean-François, Julien, Gwenn, Olivier, Christophe, Ludo, Sarah, Maxime, Antonio, Kawtar, Mélusine, Patrick, Anissa, Lotfi, Cyril, Yan, Ramona... soient remerciés pour leur bonne humeur et leur soutien permanent. Merci à "Daddy" Laurent LOMBARD pour avoir répondu avec tant de patience à mes nombreuses questions, c'est lui qui a « souffert trois horribles années » dans le même bureau que moi et partagé avec moi ces moments inoubliables.*

*Je tiens également à remercier les membres du département 'Science et Génie des Matériaux' de l'IUT de Saint Brieuc : Laurent, Nicolas, Tual, Yvonne et tous les autres pour leur accueil et toute la sympathie qu'ils m'ont offert durant les périodes que j'ai passé à St Brieuc. Je remercie le mec, mon « terrible ! » ami, Yonathan, pour les échanges scientifiques et son énorme amitié durant ces 3 années de thèse.*

*Et finalement, merci à ma famille et tous mes amis, qui m'ont encouragé et apporté leur soutien tout au long de cette thèse.*

# SOMMAIRE

<b>INTRODUCTION GENERALE .....</b>	<b>1</b>
------------------------------------	----------

<b>Chapitre I : GENERALITES SUR LES DISPOSITIFS ANTENNAIRES MINIATURES ET AGILES EN FREQUENCE ET SUR LES MATERIAUX FERROELECTRIQUES.....</b>	<b>7</b>
--	----------

<b>I. INTRODUCTION.....</b>	<b>11</b>
<b>II. ANTENNE MINIATURE .....</b>	<b>11</b>
<b>II.1. Définition .....</b>	<b>11</b>
<b>II.2. Les paramètres et les limites fondamentales de l'AEP.....</b>	<b>12</b>
II.2.1. Directivité .....	12
II.2.2. Efficacité de rayonnement .....	13
II.2.3. Facteur de qualité.....	13
<b>II.3. Les techniques de miniaturisation .....</b>	<b>16</b>
II.3.1. Introduction de court-circuit .....	16
II.3.2. Utilisation de charge localisée .....	16
II.3.3. Modification de la géométrie .....	17
II.3.4. Utilisation des matériaux particuliers .....	18
<b>II.4. Conclusion.....</b>	<b>18</b>
<b>III. ANTENNE AGILE EN FREQUENCE .....</b>	<b>18</b>
<b>III.1. Avantages et inconvénients des antennes agiles en fréquence .....</b>	<b>19</b>
<b>III.2. Les critères de performances.....</b>	<b>20</b>
<b>III.3. Techniques de reconfiguration des antennes compactes.....</b>	<b>21</b>
III.3.1. Utilisation de diode PIN.....	21
III.3.2. Utilisation de diode varactor .....	22
III.3.3. Combinaison de diode PIN et varactor .....	23
III.3.4. Utilisation des MEMS .....	25
III.3.5. Utilisation de matériaux à propriétés spécifiques .....	25
III.3.5.1. Métamatériaux .....	25
III.3.5.2. Cristaux liquides .....	26
III.3.5.3. Matériaux ferromagnétiques.....	28
<b>III.4. Antennes agiles en fréquence utilisant des matériaux ferroélectriques.....</b>	<b>29</b>
III.4.1. Utilisation de substrat ferroélectrique .....	30



III.4.2.	Composant discret à base de matériaux ferroélectriques .....	30
III.4.2.1.	Implémentation de composant discret .....	31
III.4.2.2.	Implémentation monolithique.....	31
<b>III.5.</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>33</b>
<b>IV.</b>	<b>LES MATERIAUX FERROELECTRIQUES .....</b>	<b>33</b>
<b>IV.1.</b>	<b>Définition.....</b>	<b>33</b>
<b>IV.2.</b>	<b>Transition de phase et Température de Curie.....</b>	<b>34</b>
<b>IV.3.</b>	<b>Domaines ferroélectriques et Hystérésis .....</b>	<b>35</b>
<b>IV.4.</b>	<b>Variation de la permittivité des matériaux ferroélectriques .....</b>	<b>37</b>
<b>IV.5.</b>	<b>Intérêt des couches minces ferroélectriques pour les dispositifs reconfigurables</b>	<b>37</b>
<b>IV.6.</b>	<b>Les matériaux étudiés .....</b>	<b>39</b>
IV.6.1.	Les matériaux perovskites.....	39
IV.6.1.1.	Les matériaux La-Ti-O-N.....	40
IV.6.1.2.	Les matériaux $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ (BST).....	42
<b>V.</b>	<b>CONCLUSION .....</b>	<b>43</b>
REFERENCE:	.....	45

## **Chapitre II : CONCEPTION DES DISPOSITIFS POUR LA CARACTERISATION DIELECTRIQUE DES MATERIAUX La-Ti-O-N ..... 55**

<b>I.</b>	<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>59</b>
<b>II.</b>	<b>LES METHODES DE MESURE DES PROPRIETES DIELECTRIQUES .</b>	<b>59</b>
<b>II.1.</b>	<b>Les méthodes de cavité résonnante .....</b>	<b>60</b>
<b>II.2.</b>	<b>Les méthodes de ligne de transmission.....</b>	<b>61</b>
II.2.1.	Ligne coaxiale.....	61
II.2.2.	Ligne microruban.....	61
II.2.3.	Ligne coplanaire .....	63
<b>II.3.</b>	<b>Les méthodes capacitives .....</b>	<b>64</b>
<b>III.</b>	<b>CHOIX DES METHODES POUR LA CARACTERISATION DIELECTRIQUE DES COMPOSES La-Ti-O-N.....</b>	<b>65</b>
<b>III.1.</b>	<b>Méthodes de lignes coplanaires .....</b>	<b>65</b>
III.1.1.	La procédure Nicholson – Ross – Weir et la technique CMM .....	65
III.1.1.1.	Les principes et la théorie analytique .....	65
III.1.1.2.	Validation de la méthode par simulation et par mesure.....	72
III.1.2.	Méthode de caractérisation utilisant deux lignes .....	79

III.1.2.1. Principe.....	79
III.1.2.2. Validation et estimation de l'incertitude de la méthode deux lignes .....	80
<b>III.2. Méthode de capacité MIM.....</b>	<b>81</b>
III.2.1. Modèles analytiques .....	81
III.2.1.1. Modèle 1 - Disques imbriqués .....	81
III.2.1.2. Modèle 2 - Patchs rectangulaires.....	84
III.2.2. Validation de la méthode par simulation .....	85
III.2.2.1. Modèle 1.....	85
III.2.2.2. Modèle 2.....	87
III.2.2.3. Estimation de l'incertitude.....	88
<b>III.3. Mesure diélectrique en basse fréquence .....</b>	<b>90</b>
<b>IV. CONCLUSION .....</b>	<b>92</b>
<b>REFERENCE.....</b>	<b>93</b>

## **Chapitre III : COUCHES MINCES La-Ti-O-N ET DISPOSITIFS POUR LA CARACTERISATION DIELECTRIQUE BASSES ET HAUTES FREQUENCES..... 97**

<b>I. INTRODUCTION.....</b>	<b>101</b>
<b>II. METHODES DE DEPOT DES COUCHES MINCES FERROELECTRIQUES .....</b>	<b>101</b>
<b>II.1. Dépôt chimique en phase vapeur (CVD).....</b>	<b>102</b>
<b>II.2. Dépôt par solution chimique (CSD).....</b>	<b>102</b>
<b>II.3. Dépôt physique en phase vapeur (PVD).....</b>	<b>102</b>
<b>III. DEPOT DE COUCHES MINCES PAR PULVERISATION CATHODIQUE .....</b>	<b>103</b>
<b>III.1. Principe de la pulvérisation cathodique .....</b>	<b>103</b>
<b>III.2. Les techniques complémentaires à la pulvérisation cathodique .....</b>	<b>105</b>
<b>III.3. Dispositif de pulvérisation cathodique réactive RF magnétron utilisé.....</b>	<b>105</b>
<b>III.4. Les paramètres importants pour le dépôt de couches minces par pulvérisation cathodique RF réactive .....</b>	<b>107</b>
<b>IV. METHODES DE CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE DES COUCHES MINCES La-Ti-O-N .....</b>	<b>108</b>
<b>IV.1. Diffraction des rayons X (XRD).....</b>	<b>108</b>
<b>IV.2. Microscopie électronique à balayage (MEB) .....</b>	<b>109</b>

IV.3.	Spectroscopie UV-Visible.....	119
V.	DEPOT DE COUCHES MINCES La-Ti-O-N .....	110
V.1.	Dépôt de films minces à partir d'une cible oxynitride $\text{LaTiO}_2\text{N}$ .....	110
V.1.1.	Films Oxydes conducteurs $\text{LaTiO}_3$ : lorsque aucun gaz réactif n'est utilisé.....	111
V.1.2.	Films oxynitrides $\text{LaTiO}_2\text{N}$ : lorsque le gaz réactif utilisé est le Ar + $\text{N}_2$ .....	111
V.1.3.	Films oxydes $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ : lorsque le gaz réactif utilisé est Ar + $\text{H}_2\text{O}$ .....	112
V.2.	Dépôt des films à partir d'une cible oxyde $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ .....	112
V.2.1.	Films oxynitrides $\text{LaTiO}_2\text{N}$ : lorsque le gaz réactif utilisé est le Ar + $\text{N}_2$ .....	113
V.2.2.	Films Oxydes $\text{LaTiO}$ : avec les autres gaz réactifs .....	113
VI.	REALISATION DES DISPOSITIFS POUR LA CARACTERISATION DIELECTRIQUE DES COUCHES MINCES La-Ti-O-N.....	114
VI.1.	Réalisation de circuits pour la caractérisation en basses fréquences (BF).....	114
VI.2.	Réalisation de circuits pour la caractérisation en hautes fréquences (HF).....	116
VI.2.1.	Métallisation des échantillons.....	116
VI.2.2.	Photomasque.....	117
VI.2.3.	Transfert de la géométrie du circuit sur l'échantillon par photo-lithographie .....	119
VI.2.3.1.	Photolithographie .....	120
VI.2.3.2.	Gravure chimique de la métallisation.....	121
VI.2.3.3.	Manipulations complémentaires.....	122
VI.2.3.4.	Le problème de surgravure.....	123
VI.3.	Les stations de caractérisation diélectrique utilisées.....	123
VI.3.1.	Banc de mesure pour la caractérisation diélectrique en basses fréquences (BF) .....	123
VI.3.2.	Bancs de mesure pour la caractérisation diélectrique en hautes fréquences (HF).....	125
VII.	CONCLUSION .....	127
	REFERENCE.....	129

## Chapitre IV : CARACTERISATION DIELECTRIQUE DES FILMS MINCES La-Ti-O-N..... 131

I.	INTRODUCTION.....	135
II.	PROPRIETES DIELECTRIQUES DES FILMS MINCES OXYNITRIDES $\text{LaTiO}_2\text{N}$ .....	135
II.1.	Mesures en basses fréquences.....	135
II.1.1.	Détermination de $\epsilon'$ et de $\tan\delta$ .....	135
II.1.2.	Mesure d'agilité .....	136
II.2.	Mesures en hautes fréquences.....	137
II.2.1.	Mesure en structure MIM (HF).....	138

II.2.1.1.	Détermination de $\varepsilon'$ et de $\tan\delta$ .....	138
II.2.1.2.	Retro-simulation de la structure MIM (HF) .....	139
II.2.1.3.	Mesure d'agilité .....	139
II.2.2.	Mesures en structure coplanaire .....	139
II.2.2.1.	Extraction de $\varepsilon'$ et de $\tan\delta$ .....	140
II.2.2.2.	Rétro-simulation de la structure coplanaire .....	141
II.2.2.3.	Mesure d'agilité .....	142
III.	PROPRIETES DIELECTRIQUES DES FILMS MINCES OXYDES <i>LaTiO</i> ..	
	.....	143
III.1.	Mesures en basses fréquences.....	143
III.1.1.	Détermination de $\varepsilon'$ et de $\tan\delta$ .....	143
III.1.2.	Mesure d'agilité .....	144
III.2.	Mesures en hautes fréquences .....	145
III.2.1.	Mesures en structure MIM (HF) .....	145
III.2.1.1.	Détermination de $\varepsilon'$ et de $\tan\delta$ .....	145
III.2.1.2.	Retro-simulation de la structure MIM (HF) .....	147
III.2.1.3.	Mesure d'agilité.....	148
III.2.2.	Mesures en structure coplanaire.....	148
III.2.2.1.	Extraction de $\varepsilon'$ et de $\tan\delta$ .....	148
III.2.2.2.	Rétro-simulation de la structure coplanaire .....	150
III.2.2.3.	Mesure d'agilité.....	151
IV.	PROPRIETES DIELECTRIQUES DES FILMS MINCES OXYDES	
	$\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ .....	152
IV.1.	Résultats de mesure en basses fréquences.....	152
IV.2.	Résultats des mesures en hautes fréquences .....	154
IV.2.1.	Mesures en structure coplanaire.....	154
IV.2.1.1.	Extraction de $\varepsilon'$ et de $\tan\delta$ .....	154
IV.2.1.2.	Mesure d'agilité.....	155
V.	CONCLUSION .....	156
	REFERENCE.....	159

## Chapitre V : REALISATION DES ANTENNES MINIATURES ET RECONFIGURABLES UTILISANT LES OXYDES *LaTiO* ET BST ..... 161

I.	INTRODUCTION.....	165
II.	ANTENNE NOTCH .....	165
II.1.	Définition.....	165

<b>II.2.</b>	<b>Influence des principaux paramètres de l'antenne .....</b>	<b>166</b>
II.2.1.	Influence de la longueur de la fente ( $L_s$ ) .....	167
II.2.2.	Influence de la largeur de la fente ( $W$ ) .....	168
II.2.3.	Influence de la position de l'excitation ( $a$ ) .....	168
II.2.4.	Influence de la longueur du stub ouvert ( $L_f$ ) .....	169
II.2.5.	Influence du câble d'alimentation .....	169
<b>II.3.</b>	<b>Choix des solutions pour la miniaturisation et l'agilité en fréquence.....</b>	<b>172</b>
II.3.1.	Utilisation de substrat multicouche .....	172
II.3.2.	Utilisation de composant discret à base de couches minces .....	174
<b>III.</b>	<b>ANTENNES NOTCH MINIATURES UTILISANT DES CAPACITES MIM</b>	
	<b>A BASE DE COUCHE MINCE <math>LaTiO</math>.....</b>	<b>177</b>
<b>III.1.</b>	<b>Conception d'antenne et intégration de la capacité.....</b>	<b>177</b>
<b>III.2.</b>	<b>Caractérisation de la capacité .....</b>	<b>179</b>
<b>III.3.</b>	<b>Caractérisation de l'antenne.....</b>	<b>180</b>
III.3.1.	Prototypes et mesure d'impédance .....	180
III.3.2.	Facteur de Qualité .....	181
III.3.3.	Mesure de rayonnement .....	182
III.3.4.	Comparaison avec l'antenne utilisant une capacité CMS commerciale.....	183
<b>III.4.</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>185</b>
<b>IV.</b>	<b>ANTENNE NOTCH MINIATURE ET RECONFIGURABLE UTILISANT</b>	
	<b>UN VARACTOR A BASE DE COUCHE MINCE BST .....</b>	<b>186</b>
IV.1.1.	Modèle de simulation.....	186
IV.1.2.	Intégration du plan de masse.....	188
<b>IV.2.</b>	<b>Réalisation de la couche mince BST et de la capacité localisée .....</b>	<b>191</b>
<b>IV.3.</b>	<b>Caractérisation expérimentale du prototype d'antenne réalisée .....</b>	<b>192</b>
IV.3.1.	Caractérisation de la capacité localisée à base de film mince BST.....	193
IV.3.2.	Mesure de l'impédance et de l'agilité d'antenne .....	193
IV.3.2.1.	Mesure du coefficient de réflexion du prototype I .....	195
IV.3.2.2.	Mesure du coefficient de réflexion de prototype II .....	195
IV.3.3.	Mesure de rayonnement .....	198
IV.3.4.	Etude des sources de pertes.....	201
<b>V.</b>	<b>CONCLUSION .....</b>	<b>202</b>
	<b>RÉFÉRENCE.....</b>	<b>203</b>
	<b>CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES .....</b>	<b>205</b>
	<b>BIBLIOGRAPHIE DE L'AUTEUR.....</b>	<b>211</b>
	<b>ANNEXES .....</b>	<b>215</b>

# **INTRODUCTION GENERALE**



Au cours de ces dernières années, le nombre des communications cellulaires a connu une évolution exponentielle. Cette dernière a bénéficié de l'amélioration des composants électroniques permettant aux téléphones portables de rester compacts et d'acquérir des fonctions réservées jusqu'à lors aux ordinateurs. Pour faire face à la volonté d'intégrer une quantité toujours plus importante de nouvelles fonctions, de nombreuses études portent sur la recherche de nouveaux concepts d'antennes intelligentes et de petite taille. Parmi les solutions envisagées, la recherche de nouveaux matériaux est l'une des plus prometteuses. Les technologies à base de métamatériaux et de films minces ferroélectriques accordables en fréquence ont récemment fait l'objet de multiples études pour des applications hyperfréquences. Ces voies offrent la possibilité d'une miniaturisation et d'une accordabilité de l'antenne et constitue un enjeu technologique majeur. Les travaux de recherche présentés dans ce manuscrit s'inscrivent dans cette stratégie d'utilisation de matériaux à propriétés spécifiques pour la miniaturisation et l'accordabilité d'antennes hyperfréquences.

Dans ce manuscrit, seront présentés mes travaux de thèse réalisés au CEA-LETI à Grenoble et à l'Institut d'Electronique et de Télécommunications de Rennes (IETR) à Saint-Brieuc, sous la direction du Pr. Ala Sharaiha, du Dr. Christophe Delaveaud et du Dr. Ratiba Benzerga, avec la participation du Dr. Claire Le Paven. Ces travaux concernent l'utilisation de matériaux diélectriques et ferroélectriques sous forme de films minces dans des antennes hyperfréquences. Ils présentent, d'une part, la conception et la réalisation de dispositifs pour la caractérisation des matériaux, d'autre part, l'intégration de ces matériaux dans des dispositifs antennaires. Les différents matériaux étudiés dans cette thèse seront, en premier lieu, les nouveaux composés perovskites La-Ti-O-N, puis le matériau ferroélectrique BST ( $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ ). Ils seront introduits sous forme de capacités localisées pour la conception, respectivement, d'une antenne miniature faibles pertes et d'une antenne agile en fréquence.

Pour cette thèse, deux objectifs avaient été définis au début des travaux. Le premier était de mettre en place des méthodes de caractérisation diélectrique "large bande" adaptées aux couches minces. Le second objectif était d'utiliser les couches minces diélectriques et ferroélectriques étudiées pour la conception d'antennes miniatures et reconfigurables. La présentation des différents travaux réalisés durant cette thèse est proposée dans ce manuscrit sous la forme de cinq chapitres.



Le premier chapitre sera dédié à l'état de l'art sur les antennes et les différentes techniques utilisées pour leur miniaturisation et leur accordabilité. Cette partie présentera les avantages ainsi que les inconvénients de chaque technologie. Un bref descriptif des matériaux diélectriques et des phénomènes générant la ferroélectricité sera fait. Les matériaux perovskites seront ensuite présentés, en particulier les matériaux utilisés pour ces travaux de thèse : les composés La-Ti-O-N et BST.

Dans le chapitre II, nous décrirons les principales méthodes des caractérisations micro-ondes des matériaux diélectriques isotropes, homogènes et en couches minces utilisées à ce jour dans la littérature. Un résumé des avantages et des inconvénients de chaque méthode nous permettra de choisir celles qui sont les plus adaptées pour la caractérisation des couches minces La-Ti-O-N. Ces méthodes, utilisant des lignes coplanaires et des structures MIM pour la caractérisation en hautes fréquences et une structure MIM pour la caractérisation en basses fréquences, seront détaillées et validées par des retro-simulations numériques.

Le troisième chapitre sera consacré au principe du dépôt par pulvérisation cathodique utilisé pour l'élaboration des couches minces La-Ti-O-N. Ces films ont été réalisés dans le cadre de la thèse du Dr. Yu Lu qui s'est déroulée à Saint Brieuc en parallèle de la présente thèse. Les propriétés physico-chimiques des différents films La-Ti-O-N utilisés dans le cadre de nos travaux seront présentées brièvement. Les différentes étapes de la réalisation des dispositifs MIM et coplanaires pour la caractérisation diélectrique seront ensuite décrites. Enfin, les différents bancs de caractérisation basses et hautes fréquences utilisés seront présentés.

Les résultats de la caractérisation diélectrique des couches minces La-Ti-O-N seront présentés dans le chapitre IV. Les mesures en basses et hautes fréquences ont montré un large panel de permittivités et de pertes diélectriques pour les différentes phases du composé La-Ti-O-N. Les différents résultats seront discutés et confrontés à ceux des composés perovskites oxydes et oxynitrures de la littérature.

Dans le dernier chapitre, la réalisation d'antennes miniatures à faibles pertes utilisant des couches minces diélectriques La-Ti-O-N sera présentée. De même, la réalisation de prototypes d'antennes agiles en fréquences utilisant des couches minces BST déposées à l'IETR-Nantes par l'équipe du Pr. Hartmut Gundel, sera présentée. Les conceptions

numériques ainsi que les résultats de mesures des antennes réalisées seront présentés. Ils seront confrontés à des simulations numériques permettant de vérifier leurs performances.

Finalement, une conclusion générale permettra de faire un bilan des travaux de recherche effectués au cours de cette thèse. Des perspectives seront proposées pour la suite de ce travail afin d'améliorer les performances des antennes réalisées.



## **Chapitre I**

# **GENERALITES SUR LES DISPOSITIFS ANTENNAIRES MINIATURES ET AGILES EN FREQUENCE ET SUR LES MATERIAUX FERROELECTRIQUES**



<b>I.</b>	<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>11</b>
<b>II.</b>	<b>ANTENNE MINIATURE.....</b>	<b>11</b>
II.1.	Définition.....	11
II.2.	Les paramètres et les limites fondamentales de l'AEP.....	12
II.2.1.	Directivité .....	12
II.2.2.	Efficacité de rayonnement .....	13
II.2.3.	Facteur de qualité.....	13
II.3.	Les techniques de miniaturisation .....	16
II.3.1.	Introduction de court-circuit .....	16
II.3.2.	Utilisation de charge localisée .....	16
II.3.3.	Modification de la géométrie.....	17
II.3.4.	Utilisation des matériaux particuliers .....	18
II.4.	Conclusion.....	18
<b>III.</b>	<b>ANTENNE AGILE EN FREQUENCE.....</b>	<b>18</b>
III.1.	Avantages et inconvénients des antennes agiles en fréquence.....	19
III.2.	Les critères de performances .....	20
III.3.	Techniques de reconfiguration des antennes compactes .....	21
III.3.1.	Utilisation de diode PIN .....	21
III.3.2.	Utilisation de diode varactor.....	22
III.3.3.	Combinaison de diode PIN et varactor .....	23
III.3.4.	Utilisation des MEMS .....	25
III.3.5.	Utilisation de matériaux à propriétés spécifiques .....	25
III.3.5.1.	Métamatériaux.....	25
III.3.5.2.	Cristaux liquides.....	26
III.3.5.3.	Matériaux ferromagnétiques.....	28
III.4.	Antennes agiles en fréquence utilisant des matériaux ferroélectriques .....	29
III.4.1.	Utilisation de substrat ferroélectrique .....	30
III.4.2.	Composant discret à base de matériaux ferroélectriques .....	30
III.4.2.1.	Implémentation de composant discret .....	31
III.4.2.2.	Implémentation monolithique .....	31
III.5.	Conclusion.....	33
<b>IV.</b>	<b>LES MATERIAUX FERROELECTRIQUES .....</b>	<b>33</b>
IV.1.	Définition.....	33
IV.2.	Transition de phase et Température de Curie.....	34
IV.3.	Domaines ferroélectriques et Hystérésis .....	35
IV.4.	Variation de la permittivité des matériaux ferroélectriques .....	37
IV.5.	Intérêt des couches minces ferroélectriques pour les dispositifs reconfigurables	37
IV.6.	Les matériaux étudiés .....	39

IV.6.1. Les matériaux perovskites .....	39
IV.6.1.1. Les matériaux La-Ti-O-N .....	40
IV.6.1.2. Les matériaux $\text{Ba}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiO}_3$ (BST).....	42
<b>V. CONCLUSION.....</b>	<b>43</b>
<b>REFERENCE: .....</b>	<b>45</b>

## I. INTRODUCTION

De nos jours, les évolutions rapides des systèmes de communications sans fil intensifient les besoins de terminaux mobiles de plus en plus petits, comme les téléphones cellulaires, l'équipement sans fil portable pour la connexion à Internet, les appareils de communication à courte et à longue distance, les dispositifs RFID (identification par radiofréquence), etc. Parallèlement, cette généralisation des dispositifs de communication sans fil contribue à renforcer la recherche de solutions d'antennes miniatures et agiles susceptibles d'être intégrées dans les objets communicants compacts.

Le but de ce chapitre est de dresser un état de l'art des différentes méthodes de conception d'antennes miniatures et reconfigurables. Un rappel sur les antennes miniatures et agiles en fréquences est tout d'abord proposé dans les deux premières parties avec la description des différentes techniques classiquement rencontrées dans la littérature.

Pour ce travail de thèse, nous nous intéresserons à la reconfiguration fréquentielle d'antennes compactes en utilisant des couches minces diélectriques et ferroélectriques. La troisième partie de ce chapitre sera donc consacrée à la présentation de ces matériaux et notamment des couches minces utilisées : La-Ti-O-N et  $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$  (BST).

## II. ANTENNE MINIATURE

La taille et les performances d'une antenne pour une application donnée sont intimement liées à sa longueur d'onde (fréquence) de fonctionnement. Pour permettre à une antenne de transformer efficacement une onde guidée en une onde rayonnée, la taille de l'antenne doit être de l'ordre d'une demi-longueur d'onde guidée ou plus (mode fondamental des résonateurs électromagnétiques classiques). La miniaturisation d'une antenne, ou plus précisément, la réduction de ses dimensions comparées à la longueur d'onde d'utilisation, passe donc par une diminution de ses performances (bande passante, gain, efficacité de rayonnement). La miniaturisation d'une antenne résulte donc d'un compromis entre ses dimensions et ses performances.

Nous allons définir en premier lieu ce qu'est une antenne miniature et présenterons ses caractéristiques, puis en second lieu nous détaillerons les techniques de miniaturisation trouvées dans la littérature. Tout au long de ce document, nous associerons le terme miniature aux «antennes électriquement petites» ou AEP, ce qui implique que leur taille est bien inférieure à la longueur d'onde de la fréquence de fonctionnement.

### II.1. Définition

Il existe plusieurs façons de définir une antenne électriquement petite. La plus répandue est celle donnée par Wheeler en 1947 [1]. D'après le travail de Wheeler, une antenne électriquement petite est définie comme une antenne dont le rayon de la sphère englobant l'antenne est inférieur à  $\lambda_0/2\pi$  ( $\lambda_0$  est la longueur d'onde dans le vide). Cette relation utilise la notion de la "radians sphère" [2] et souvent exprimée dans [3] telle que :



$$ka = k * a \leq 1 \quad (1.1)$$

Avec  $a$ , rayon de la sphère contenant l'antenne et  $k$ , nombre d'onde dans le milieu de propagation (air) tel que  $k = \frac{2\pi}{\lambda_0}$ .

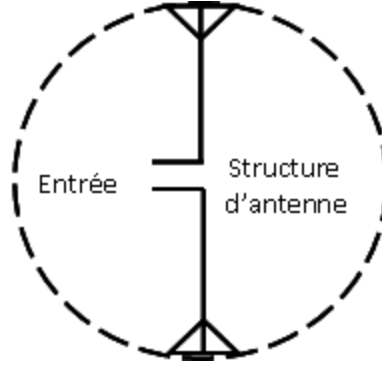


Figure I-1 - La sphère équivalente d'une antenne [4]

## II.2. Les paramètres et les limites fondamentales de l'AEP

La miniaturisation et l'intégration de l'élément rayonnant dans un système nécessitent un compromis imposé par les dimensions minimales, la forme de l'antenne et les performances recherchées en termes de gain, de rayonnement et d'adaptation d'impédance. Les limites théoriques à la miniaturisation des antennes font actuellement l'objet de nombreuses discussions mais les travaux initiaux menés par Wheeler, Chu, McLean et Harrington [1], [4]–[6] restent des références. Pour la discussion des limites fondamentales des AEP, nous allons présenter les paramètres les plus importants à prendre en compte.

### II.2.1. Directivité

La directivité d'une antenne est définie comme "le rapport de l'intensité du rayonnement de l'antenne dans une direction donnée  $(\theta, \varphi)$  par celle qui serait rayonnée uniformément dans toutes les directions" [7]. On l'exprime mathématiquement par :

$$D(\theta, \varphi) = \frac{U(\theta, \varphi)}{U_0} = \frac{4\pi U(\theta, \varphi)}{P_{rad}} \quad (1.2)$$

Où :  $D(\theta, \varphi)$ , directivité dans la direction  $(\theta, \varphi)$  ;

$U(\theta, \varphi)$ , intensité de rayonnement dans la direction  $(\theta, \varphi)$  ;

$U_0$ , intensité de rayonnement par une source isotrope (indépendante de  $(\theta, \varphi)$ ) ;

$P_{rad}$ , énergie rayonnée totale.

Il faut noter ici que les AEP sont souvent caractérisées par leur faible directivité [3], [8].

## II.2.2. Efficacité de rayonnement

L'efficacité de rayonnement  $\eta$  est un paramètre critique pour les AEP, définit par le rapport entre la puissance rayonnée et celle acceptée dans l'antenne. On peut l'exprimer par :

$$\eta = \frac{G(\theta, \varphi)}{D(\theta, \varphi)} \quad \text{Où } G((\theta, \varphi)) \text{ est le gain d'antenne dans la direction } (\theta, \varphi). \quad (1.3)$$

D'autre part, si les pertes au niveau de l'antenne sont modélisées par une résistance série  $R_{loss}$ , nous pouvons écrire l'efficacité rayonnée sous la forme suivante [9] :

$$\eta = \frac{R_{rad}}{R_{rad} + R_{loss}} = \frac{R_{rad}}{R_A} \quad (1.4)$$

Où  $R_{rad}$  est la résistance de rayonnement et  $R_A$  est la résistance totale d'entrée.

En pratique, il est observé que lorsque la taille électrique de l'antenne  $ka$  diminue,  $R_{rad}$  diminue également. En conséquence  $R_{loss}$  devient le terme dominant dans l'équation (1.4) et explique la diminution de l'efficacité. L'origine des pertes dans les antennes dépend des matériaux utilisés pour leur réalisation et est principalement liée aux pertes par conduction et aux pertes diélectriques et magnétiques.

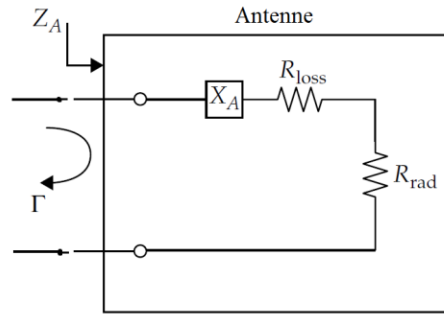


Figure I-2 - Représentation des pertes dans une antenne [9]

Notons que l'efficacité rayonnée ne prend pas en compte la désadaptation d'impédance de l'antenne dans sa définition, cette dernière correspond à la différence entre l'efficacité rayonnée et l'efficacité totale.

## II.2.3. Facteur de qualité

Les études des limites théoriques à la miniaturisation des antennes définissent le facteur de qualité  $Q$  comme le rapport entre l'énergie maximale stockée dans l'antenne et la puissance totale rayonnée. Par analogie avec les circuits résonants électriques, ce facteur peut s'écrire sous la forme suivante [5] :

$$Q = \begin{cases} \frac{2\omega W_e}{P_{rad}} & si \quad W_e > W_m \\ \frac{2\omega W_m}{P_{rad}} & si \quad W_e < W_m \end{cases} \quad (1.5)$$

Avec :  $W_e$ , énergie électrique moyenne stockée ;  
 $W_m$ , énergie magnétique moyenne stockée ;  
 $P_{rad}$ , puissance rayonnée ;  
 $\omega = 2\pi f$  .

En considérant qu'à l'intérieur de la sphère aucun mode ne se propage, le travail de Chu [4] a consisté dans l'étude du comportement des champs électromagnétiques à l'extérieur de la sphère de Wheeler. Chu limite son étude aux antennes omnidirectionnelles et polarisées rectilignement. L'énergie rayonnée de l'antenne est modélisée comme une somme de modes sphériques qui se trouve à l'extérieur de la sphère. Chaque mode est ensuite modélisé par un circuit équivalent RLC. Plus tard, McLean [5] détermine le coefficient de qualité pour un mode  $TM_{01}$  en calculant l'énergie stockée à partir de circuits RLC parallèles équivalents modélisant l'énergie non propagée autour de la sphère. En revanche, la puissance rayonnée est évaluée en champ lointain, ceci conduit à établir une formulation de la valeur du facteur de qualité pour le mode  $TM_{01}$  d'une antenne électriquement petite à polarisation linéaire comme suivant :

$$Q = \eta \left( \frac{1}{ka} + \frac{1}{k^3 a^3} \right) \quad (1.6)$$

De plus, la bande passante à -3 dB,  $\frac{\Delta f}{f_0}$ , définie sur le coefficient de réflexion peut être approximée par la relation [1] :

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{1}{Q} \quad (1.7)$$

Dans le cas des antennes très petites,  $ka \ll 1$ ,  $(ka)^3 \ll ka$  donc  $1/(ka)^3 \gg 1/ka$ , le facteur de qualité donc se simplifie:

$$Q \approx \frac{\eta}{(ka)^3} \quad (1.8)$$

Ainsi, d'après (1.7) et (1.8), nous obtenons :

$$\frac{\Delta f}{f_0} \cdot \eta \approx (ka)^3 \text{ Avec } ka \ll 1 \text{ où } a \ll \lambda/2\pi. \quad (1.9)$$

L'équation (1.9) représente la limite fondamentale à la miniaturisation. La valeur du rayon de la "radians sphère",  $\lambda/2\pi$ , introduite par Wheeler correspond à la distance de transition entre le champ proche où l'énergie électromagnétique est stockée dans l'antenne et le champ lointain où celle-ci est propagée. Cette équation permet d'établir la relation qu'il existe entre le volume occupé par l'antenne et le produit de son efficacité  $\eta$  par sa bande passante  $\frac{\Delta f}{f_0}$ .

Plusieurs méthodes permettent de calculer  $Q$ , ici nous citons celle donné par Yaghjian noté  $Q_z$  [10] :

$$Q_z = \frac{\omega_0}{2R_0(\omega_0)} |Z'_0(\omega_0)| \quad (1.10)$$

$R_0$  étant la partie réelle de l'impédance complexe,  $Z'_0$  est la dérivée de l'impédance complexe et  $\omega_0$  la pulsation.

L'évolution du facteur de qualité  $Q$  est présentée sur la Figure I-3 en fonction de la taille d'antenne pour différentes valeurs d'efficacité de rayonnement (formule 1.6). Nous constatons que la diminution de la taille électrique de l'antenne augmente le facteur de qualité, et donc réduit la bande passante de manière hyperbolique. Si nous fixons la valeur de  $Q$ , la diminution de la taille d'antenne est également associée à une réduction de l'efficacité. La problématique de miniaturisation des antennes impose donc de trouver un compromis entre taille électrique, bande passante et efficacité.

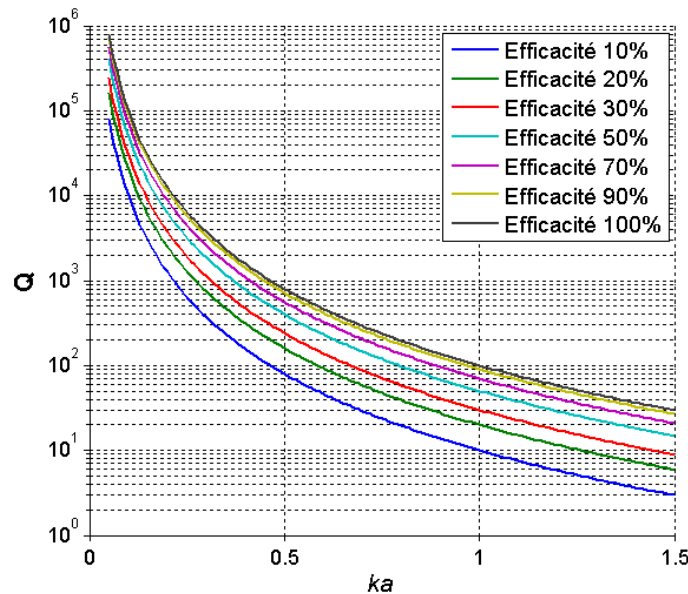


Figure I-3 - Facteur de qualité en fonction de la taille électrique ( $ka$ ) pour différentes efficacités de rayonnement

## II.3. Les techniques de miniaturisation

Dans cette section, nous proposons une synthèse des techniques détaillées dans la littérature pour réduire la taille des antennes. Notons que l'étude de cette partie se limitera au niveau de la structure rayonnante elle-même par opposition à d'autres techniques de miniaturisation exploitant avantageusement le proche contexte de l'antenne. Par conséquent, les techniques telles que l'utilisation d'un circuit d'adaptation d'impédance (pour accorder l'antenne loin de sa fréquence de résonance) ou bien se servant du circuit imprimé (*Printed Circuit Board*, PCB) de l'objet communicant ne seront pas abordées.

En majorité, les techniques utilisées dans la littérature pour la réduction de la taille des antennes concernent les antennes filaires et les antennes imprimées sur substrat diélectrique, et ont pour but d'allonger artificiellement les dimensions résonantes de la structure.

### II.3.1. Introduction de court-circuit

C'est une des méthodes les plus utilisées dans le domaine des antennes imprimées et qui consiste à introduire un ou plusieurs court-circuit(s) entre l'élément rayonnant et le plan de masse. La distribution du champ électrique du mode fondamental de la cavité formée par un pavé métallique et le plan de masse présente une valeur nulle au milieu de la longueur résonante [7]. En positionnant un mur électrique parfait à cet endroit, la distribution du champ électrique n'est pas altérée. Il en résulte alors une antenne ayant une longueur physique de  $\lambda_g/4$ , dite antenne quart d'onde. Ceci est aussi le principe de l'antenne PIFA (Planar inverted F - antenna) [11]–[14]. Cette technique propose une miniaturisation significative (50 %) mais amène deux inconvénients majeurs : une dégradation de la directivité et du gain de l'antenne et altère la pureté de polarisation.

### II.3.2. Utilisation de charge localisée

Cet élément peut prendre différentes formes, du composant discret au tronçon de ligne conductrice. Concernant les composants discrets, trois types peuvent être utilisés : des charges résistives, capacitatives ou inductives. Par exemple, un élément résistif peut être placé au bord d'un patch rayonnant pour remplacer le court-circuit d'une PIFA [15], [16]. L'autre exemple pour l'utilisation des éléments discrets est de positionner une capacité [17]–[19] ou une inductance [20] au bout d'un élément rayonnant, ceci permet d'augmenter artificiellement la longueur électrique de l'antenne. D'autre part, cette technique contribue à réduire l'efficacité de l'antenne dès lors que le composant discret réel introduit des pertes [16], [21].

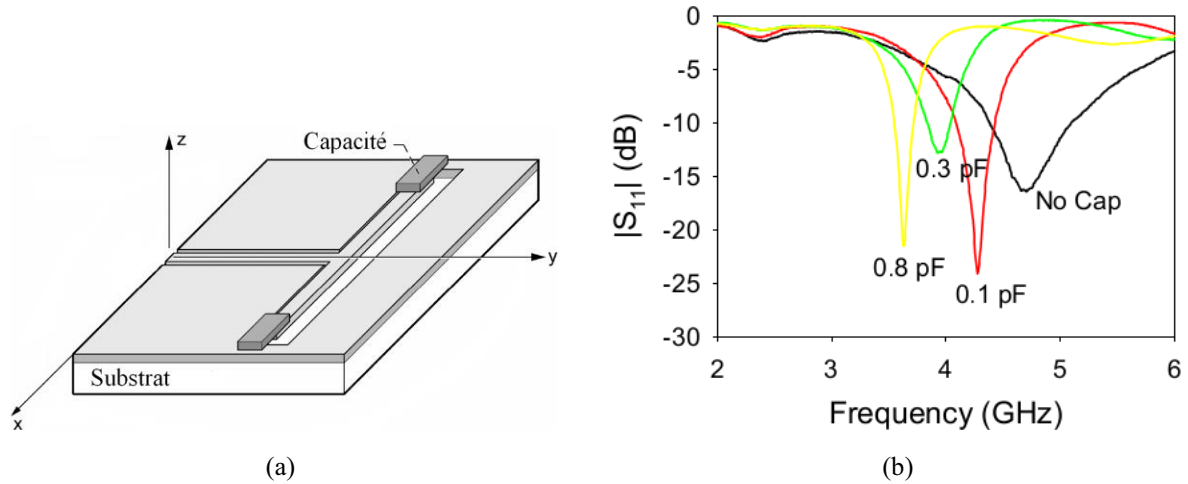


Figure I-4 – Antenne chargée par des capacités discrètes a) et son coefficient de réflexion b) [18]

### II.3.3. Modification de la géométrie

Ces techniques de miniaturisation d'antenne sont volumiques ou géométriques et utilisent souvent des fentes, un repliement, des formes fractales ou arbitraires. L'insertion des fentes dans la structure rayonnante force les courants surfaciques à contourner les fentes inscrites et donc allonger leur trajet. En plus, elle induit des effets capacitifs et selfiques modifiant l'impédance d'entrée de l'antenne [22]–[25]. D'ailleurs, l'utilisation d'élément rayonnant replié sur lui-même [26]–[30], ou des structures fractales [31], [32], rallongent physiquement le trajet des courants, ce qui pour une même structure, permet de basculer le fonctionnement de l'antenne vers les basses fréquences. La principale contrepartie de ce type d'opération réside dans l'augmentation des pertes ohmiques et donc une diminution de l'efficacité et du gain. En plus, la géométrie d'un méandre met face à face deux portions métalliques, créant ainsi des effets capacitifs souvent indésirables.

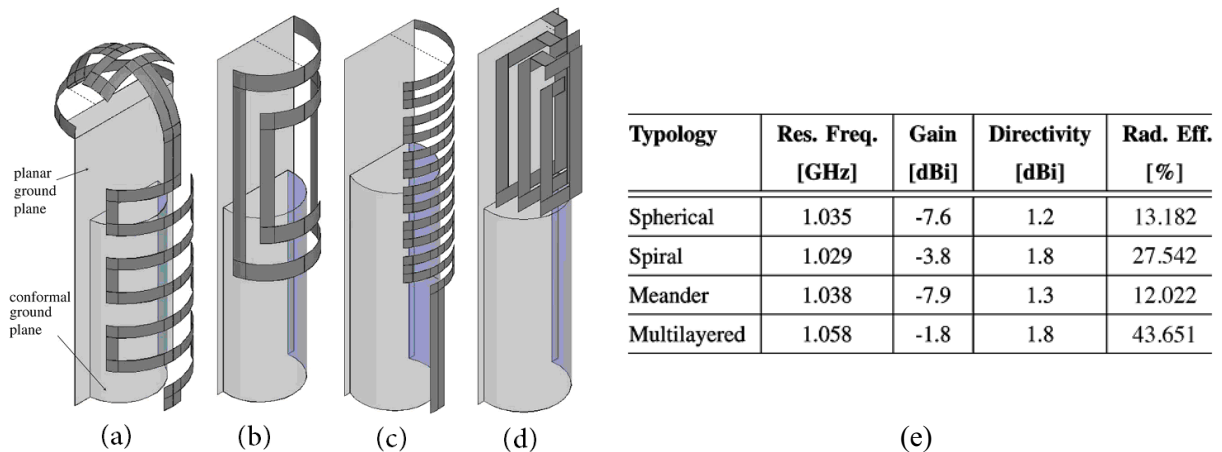


Figure I-5 – Antennes repliées volumique a) sphérique, b) spiral, c) méandre, d) multicouches et e) leurs performances [30]

### II.3.4. Utilisation des matériaux particuliers

Ces matériaux peuvent être de types différents : diélectriques, magnétiques, etc. à fort contraste placés aux endroits critiques dans la structure antennaire. Il est connu que le chargement de l'antenne par ces matériaux entraîne le ralentissement d'onde d'une manière proportionnelle à leurs propriétés :

$$\lambda_g = \frac{\lambda_0}{\sqrt{\epsilon_r \mu_r}} \quad (1.10)$$

Où :  $\epsilon_r$  est la permittivité relative du matériau ;  
 $\mu_r$  est la perméabilité relative du matériau.

Cette technique consiste à placer ces matériaux sous l'élément rayonnant [33], [34]. De même, l'utilisation de matériaux magnéto-diélectriques permet de miniaturiser une antenne sans dégrader ses performances en termes de bande passante [35]–[39]. Il existe également les méta-matériaux, qui sont des matériaux aux propriétés physiques conçu et non disponibles naturellement avec une permittivité et/ou une perméabilité relative négative [40]–[42], et qui ont été utilisés pour la miniaturisation d'antenne.

## II.4. Conclusion

Dans cette partie, une définition des antennes miniatures et leurs limites fondamentales ont été présentées. Un des paramètres clefs des antennes miniatures est le facteur de qualité (lié à la bande passante) dont la valeur minimale est toujours l'objet de discussions. L'efficacité est l'autre paramètre important et elle est susceptible de différencier les performances des antennes miniatures.

En outre, nous avons présenté les différentes techniques de miniaturisation des antennes. En règle générale, la réduction des dimensions des antennes comparée à la longueur d'onde de fonctionnement entraîne une diminution de la bande passante et de l'efficacité du rayonnement. Nous nous intéresserons dans la prochaine partie aux différentes solutions permettant de contourner le problème de la bande passante limitée avec les antennes électriquement petites.

## III. ANTENNE AGILE EN FREQUENCE

Dans quel contexte a-t-on besoin d'une antenne agile en fréquence ? Quels sont les avantages et les inconvénients de telles antennes ? Dans les paragraphes suivants, nous allons tenter de répondre à ces questions.

### III.1. Avantages et inconvénients des antennes agiles en fréquence

Nous allons tout d'abord essayer de définir les avantages, ainsi que les inconvénients de cette structure avant de présenter par la suite les différentes technologies utilisées pour leur réalisation.

Tout d'abord, les antennes reconfigurables en fréquence proposent une utilisation versatile de l'antenne. En effet, une antenne classique présente des caractéristiques figées et ne peut fonctionner qu'aux fréquences pour lesquelles elle a été conçue à l'origine. Dans le cas d'une antenne reconfigurable, il est envisageable d'accorder sa fréquence de fonctionnement à différents standards de communications, sous réserve de certaines hypothèses de fonctionnement. Il est même envisageable d'imaginer une reconfiguration sur un standard non existant lors de sa conception. Cela permet notamment d'accéder à des nouveaux standards et permet une utilisation prolongée de l'antenne malgré les évolutions des systèmes de communication, et cela, tout en ayant une possibilité de commutation rapide et régulière entre les différentes fréquences.

Par ailleurs, une antenne reconfigurable au sens large peut aussi présenter un avantage volumique, par rapport à une antenne classique. Au-delà de la compacité résultant de l'intégration de fonctionnalités dans l'antenne, l'utilisation d'antennes reconfigurables peut permettre à une antenne unique de réaliser des fonctionnalités d'antennes multiéléments, ce qui entraîne un gain de place. Il est par exemple possible de faire cohabiter dans la même antenne un mode de communication UWB et un mode de communication bande étroite, usuellement obtenu à l'aide de deux antennes distinctes [43]. Il est aussi possible, par action sur le rayonnement de l'antenne, de réaliser de la diversité de polarisation ou de diagramme [44].

Enfin, l'agilité en fréquence permet dans certains cas de remplacer une antenne à large bande de fréquence par une antenne à bande passante instantanée étroite associée à un dispositif de contrôle et d'ajustement de fréquence. Cette solution permet souvent de réduire la taille de l'antenne en sacrifiant la bande passante (voir formule I.8) tout en optimisant son rendement [45]. Elle facilite également la coexistence de plusieurs radios malgré leur proximité grâce au pré-filtrage effectué par l'antenne.

Tous ces différents éléments cités précédemment constituent les avantages des antennes agiles en fréquence. Malheureusement, cette technologie possède quelques inconvénients.

Le premier inconvénient de ces antennes reconfigurables se trouve dans leur coût, bien plus élevé que celui d'antennes classiques. Ce surcoût est directement lié à l'ajout de composants actifs sur l'antenne, parfois de haute performance, mais il peut aussi résulter de procédés de fabrication intrinsèquement plus coûteux en fonction du volume envisagé (gravure de composants semi-conducteurs ou MEMS directement sur l'antenne). Un autre désavantage des antennes reconfigurables vient de leur consommation énergétique, aussi bien dans le domaine continu que dans le domaine RF. En effet, les composants actifs doivent souvent être polarisés en continu, ils consomment nécessairement de l'énergie qu'il faut prendre en compte dans le dimensionnement énergétique du système. Par ailleurs, les



composants peuvent comporter un élément résistif qui absorbe de la puissance haute fréquence et impacte directement le rendement de l'antenne.

Etant différente des antennes passives classiques, dont les paramètres sont indépendants de l'environnement électromagnétique, l'existence des éléments actifs peut dégrader les paramètres d'antenne tels que le gain, la largeur de faisceau, le niveau des lobes secondaires, le diagramme de rayonnement, etc., et peut également générer des composantes spectrales parasites. Les principaux types d'effets non linéaires sont : la génération d'harmonique, l'intermodulation, la modulation croisée, la désensibilisation, la compression de gain, les harmoniques de l'oscillateur local et de la conversion du bruit et la réponse parasite dans les mélangeurs,...[46].

Enfin, le principal défaut des antennes reconfigurable est leur complexité qui est lié à la complexité structurelle de l'antenne, due notamment aux dispositifs de polarisation, qui se traduit par une fragilité matérielle (et un surcoût qu'on a évoqué plus haut). Par ailleurs, cette complexité géométrique, principalement d'intégration de composants actifs dans une structure rayonnante ou dans le circuit d'accord, entraîne des difficultés conceptuelles et de simulation, notamment au niveau des calculs électromagnétiques.

### III.2. Les critères de performances

Il existe plusieurs critères pour caractériser les propriétés des antennes agiles en fréquence. Le premier critère est l'excursion en fréquence (TR = Tuning Range) défini par :

$$TR (\%) = 2 \cdot \frac{f_{\text{sup}} - f_{\text{inf}}}{f_{\text{sup}} + f_{\text{inf}}} \times 100 \% \quad (1.11)$$

Avec  $f_{\text{sup}}$  et  $f_{\text{inf}}$ , respectivement, les fréquences de fonctionnement maximale et minimale de l'antenne reconfigurable en fréquence. En outre, il faut distinguer deux catégories d'agilité fréquentielle : discrète et continue. L'agilité fréquentielle discrète autorise l'antenne à opérer à des valeurs discrètes, tandis que l'agilité fréquentielle en continue permet de balayer les fréquences de travail de manière continue au sein de la bande d'excursion.

Le deuxième critère des antennes reconfigurables est l'efficacité de rayonnement. Ce paramètre joue un rôle clef dans la conception de l'antenne reconfigurable car les composants actifs insérés (qui peuvent aussi être utilisés pour réduire les dimensions de l'antenne) réduisent généralement l'efficacité de l'antenne.

Un autre critère important est la consommation et donc la tension requise pour obtenir l'agilité fréquentielle du système. Ce paramètre est d'autant plus important pour les systèmes portables qui possèdent des batteries dont la durée de vie est limitée, et des tensions DC de faible valeur. D'autres paramètres tels que la taille électrique de l'antenne, la complexité du mécanisme de polarisation et le coût généré font partie des critères des antennes reconfigurables en fréquence.

Il existe plusieurs techniques permettant d'obtenir une reconfigurabilité en fréquence. Nous exposons dans la suite les techniques répandues visant à rendre une antenne compacte agile en fréquence.

### III.3. Techniques de reconfiguration des antennes compactes

L'agilité en fréquence est généralement assurée en modifiant les longueurs électriques à l'aide de commutateurs qui imposent des court-circuits, des circuits ouverts ou des capacités variables à des emplacements bien choisis de l'élément rayonnant [47]–[49]. Il existe aussi des techniques utilisant des MEMS ou des matériaux commandables tels que les matériaux ferroélectriques.

#### III.3.1. Utilisation de diode PIN

Dans le cas de l'antenne à fente présentée sur la Figure I-6 [50], qui intègre huit diodes PIN (Positive Intrinsic Negative diode), la combinaison des états ON et OFF de ces diodes permet un balayage fréquentiel de 2,8 GHz à 8 GHz, en allongeant ou en réduisant la longueur de la fente. La Figure I-7 montre le coefficient de réflexion de l'antenne pour différentes combinaisons d'états ON ou OFF des diodes.

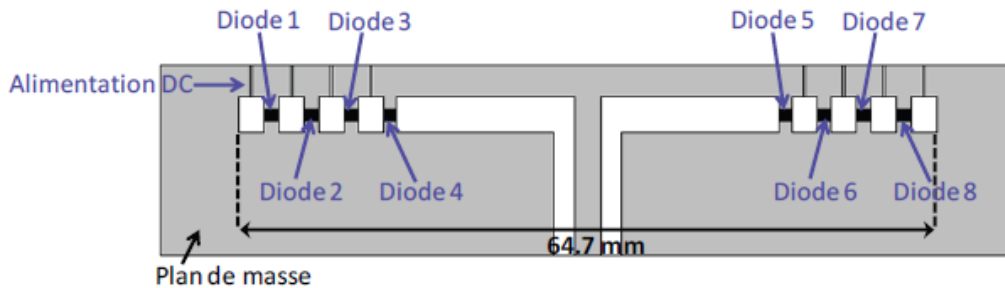


Figure I-6 - Géométrie d'une antenne agile en fréquence intégrant des diodes PIN[50]

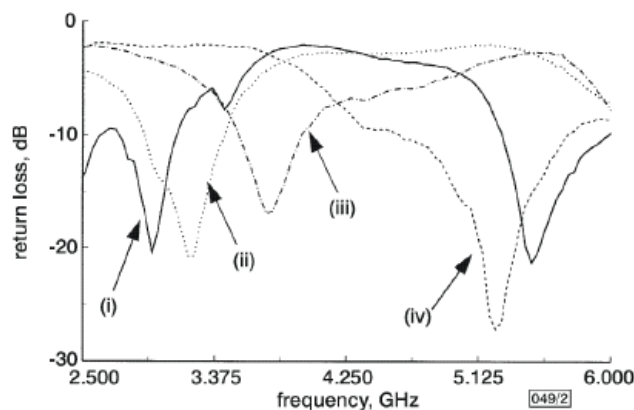


Figure I-7 - Coefficient de réflexion de l'antenne pour différents états des diodes. Toutes les diodes OFF (i), diodes 1 et 8 ON (ii), diodes 1, 2, 7 et 8 ON (iii), diodes 1, 2, 3, 6, 7 et 8 ON (iv) [50]

Les bandes passantes sont comprises entre 8 % et 21 % selon la combinaison considérée avec un gain réalisé variant entre 3,5 dBi et 5,2 dBi. Finalement, cette antenne a des dimensions relativement grandes puisque sa longueur est supérieure à  $\lambda_0/2$  à 2,8 GHz. D'autres articles présentent des antennes plus compactes [47] avec une dimension principale inférieure à  $\lambda_0/2$ , pour lesquelles, l'excursion fréquentielle atteinte est cependant moins importante.

### III.3.2. Utilisation de diode varactor

Afin de changer la fréquence de fonctionnement d'une antenne, il est nécessaire de modifier son impédance d'entrée complexe. Cela peut s'opérer de différentes façons en fonction de la topologie de l'antenne et de la stratégie de reconfiguration envisagée. Lorsqu'une diode varactor (ou varicap) est utilisée comme charge localisée sur une structure antennaire, elle permet de modifier l'impédance de l'antenne et d'envisager un balayage fréquentiel sur toute une bande de fréquence [51]–[56]. Dans l'article [51], Behdad et Sarabandi présentent une antenne à fente double chargée par une diode varactor, elle est représentée Figure I-8.

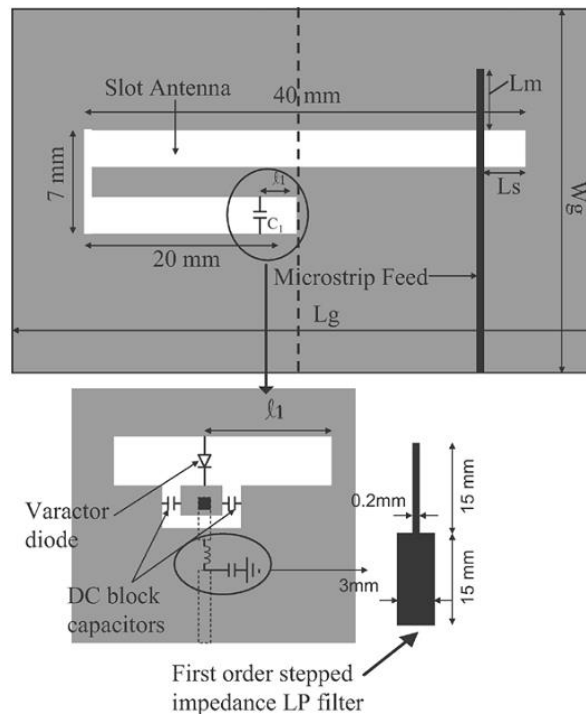


Figure I-8 - Géométrie d'une antenne fente agile en fréquence intégrant des diodes varactor [51]

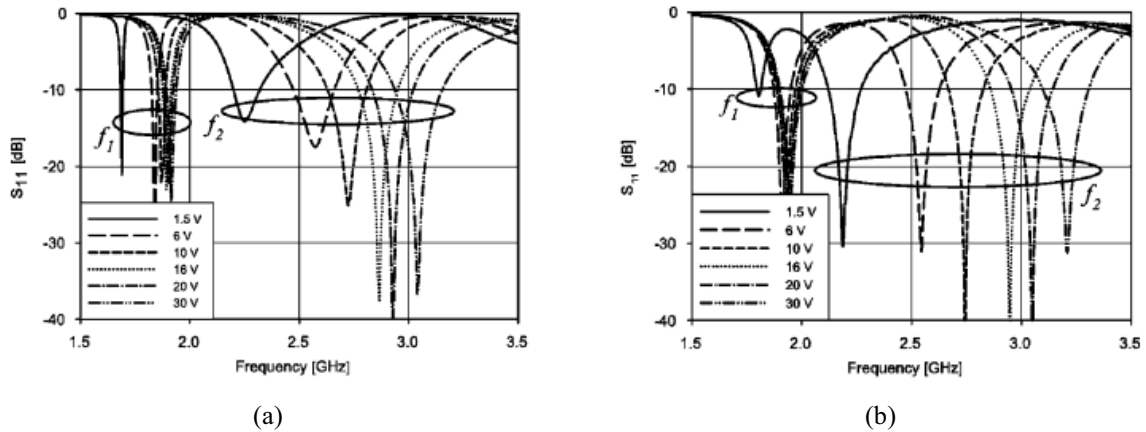


Figure I-9 - Coefficients de réflexion simulés (a) et mesurés (b) de l'antenne pour différentes valeurs de polarisation de la diode varactor [61]

Le fait de modifier la tension de polarisation de la diode varactor « en inverse » permet de changer la valeur de sa capacité équivalente et donc de modifier la longueur électrique de la fente. Il est donc possible de modifier le lieu d'adaptation d'impédance pour couvrir une bande spectrale plus ou moins large, comme nous le constatons sur la Figure I-9 où les deux bandes de fonctionnement sont proposées. Il est à noter que l'agilité fréquentielle est réduite aux basses fréquences. Cela est lié à la miniaturisation de l'antenne [62-63] et à l'utilisation de forte valeur de capacité.

### III.3.3. Combinaison de diode PIN et varactor

La combinaison de diode PIN et de varactor est une méthode très intéressante pour obtenir un recouvrement fréquentiel important. Dans le travail de Lim et al. [57], une antenne PIFA avec une diode PIN et un varactor a été étudiée comme illustrée sur la Figure I-10. Sa particularité est de pouvoir recouvrir toute une gamme de fréquences selon la configuration imposée aux diodes. Pour la configuration 1, avec une diode PIN à l'état OFF et en faisant varier la valeur du varactor, l'antenne fonctionne aux fréquences suivantes : USPCS (1,85–1,99 GHz), WCDMA (1,92–2,18 GHz) et WLAN (5,15–5,825 GHz). Pour la configuration 2, la diode PIN est à l'état ON et la diode varactor se voit imposer une tension fixe à 0V, l'antenne opère alors aux fréquences USPCS et m-WiMAX (3,4–3,6 GHz).

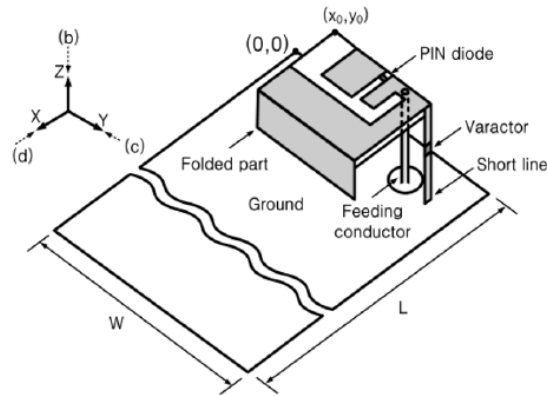


Figure I-10 - Antenne PIFA combinant l'utilisation d'une diode PIN et d'une diode varactor [57]

Les performances de l'antenne PIFA sont présentées dans Tableau I-1. On remarque que lorsque la diode PIN est OFF, l'efficacité rayonnée est aux alentours de 90 %. Mais lorsqu'elle est ON, l'efficacité devient de 63 % pour le m-WiMAX, mais reste à 93 % pour l'USPCS. La Figure I-11 présente l'efficacité de l'antenne pour différentes valeurs de résistance série de la diode. On peut constater l'impact de cette résistance sur les performances de l'antenne.

Mode	PIN Diode [V]	Varactor [V]	Service Bands	- 6 dB Bandwidth [GHZ]	Efficiency [%]	Peak Gain [dBi]
I	0 (Off)	0	USPCS	1.85 – 1.99 (7.29%)	93	2.84
			WLAN	5.15 – 5.83 (12.3%)	91	1.49
		4	WCDMA	1.92 – 2.18 (12.68%)	89	2.81
			WLAN	5.15 – 5.83 (12.3%)	91	1.49
II	1 (On)	0	USPCS	1.85 – 1.99 (7.29%)	93	2.84
			m-WiMAX	3.35 – 3.69 (9.66%)	63	1.25

Tableau I-1 - Performances de l'antenne PIFA [57]

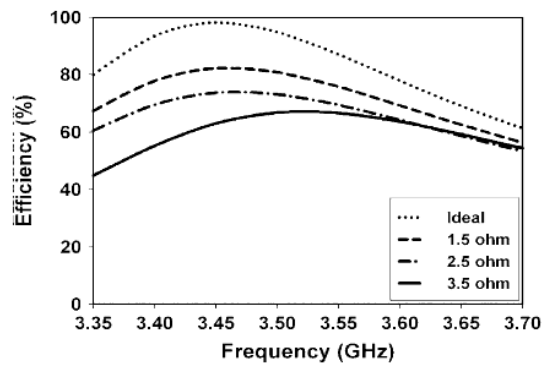


Figure I-11 - Efficacité de l'antenne (bande m-WiMAX) en simulation pour différentes valeurs de résistances parasites de la diode [57]

### III.3.4. Utilisation des MEMS

Une autre solution, largement étudiée dans la littérature est l'utilisation des composants de type MEMS (*MicroElectroMechanical Systems*). Un MEMS est un microsystème comprenant un ou plusieurs éléments mécaniques, utilisant l'électricité comme source d'énergie, en vue de réaliser une fonction de capteur et/ou d'actionneur. Selon leur conception, les MEMS peuvent servir pour diverses fonctions, agissant comme commutateurs ou capacité variable [58]–[64]. Simons et al. [62] montre un exemple d'une antenne patch intégrant deux MEMS agissant comme une capacité variable (Figure I-12a).

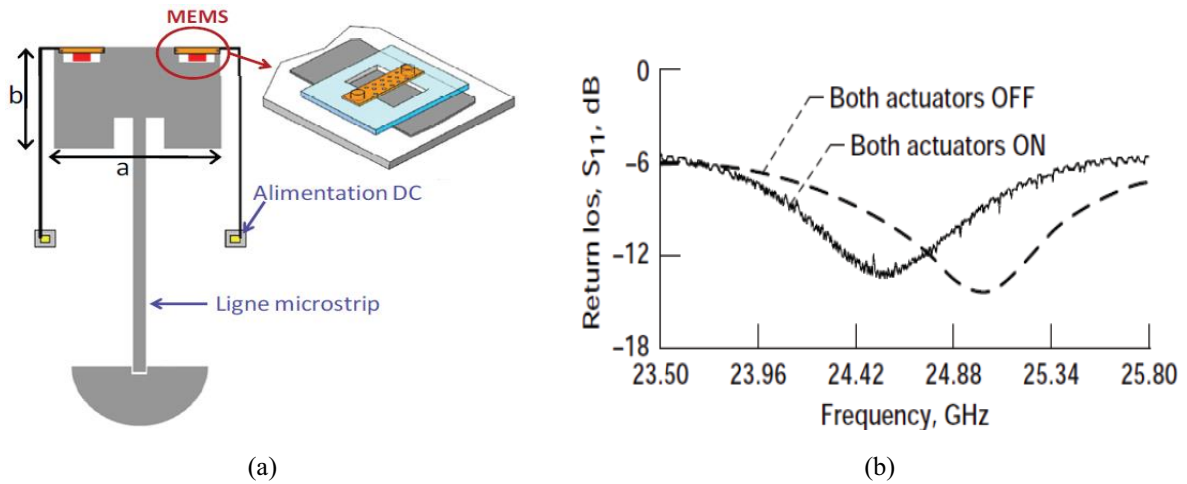


Figure I-12 - Géométrie d'une antenne agile en fréquence intégrant des MEMS a) et son coefficient de réflexion mesuré dans le cas où les MEMS sont activés ou non b) [62]

L'antenne patch est imprimée sur un wafer en silicium d'épaisseur 400  $\mu\text{m}$  lui-même posé sur un substrat servant de support. La fréquence de résonance de cette antenne patch est déterminée par la longueur  $b$  (Figure I-12a). Ainsi, l'utilisation de MEMS sur les bords d'un patch et selon la longueur  $b$  permet de créer une capacité et décale ainsi la fréquence de fonctionnement du patch de 1,6 % comme le montre la Figure I-12b.

### III.3.5. Utilisation de matériaux à propriétés spécifiques

De nombreuses antennes compactes sont imprimées sur des substrats diélectriques. L'idée est d'utiliser le substrat comme paramètre variable afin d'entraîner une agilité de l'antenne. Pour cela, il est intéressant d'utiliser des substrats possédant des propriétés variables qui modifieront les propriétés de l'antenne. Dans cette partie, nous citerons trois types de matériaux qui sont étudiés pour être intégrés comme substrats d'antennes agiles en fréquence, nous évoquerons leurs potentialités ainsi que leurs limites.

#### III.3.5.1. Métamatériaux

Les méta-matériaux sont des matériaux artificiels présentant des propriétés électromagnétiques intéressantes ne pouvant pas être obtenues avec des matériaux naturels

(permittivité et perméabilité simultanément négatives, ...). Ces matériaux sont constitués de structures périodiques (un exemple est donné Figure I-13), diélectriques ou métalliques, qui se comportent comme un matériau homogène.

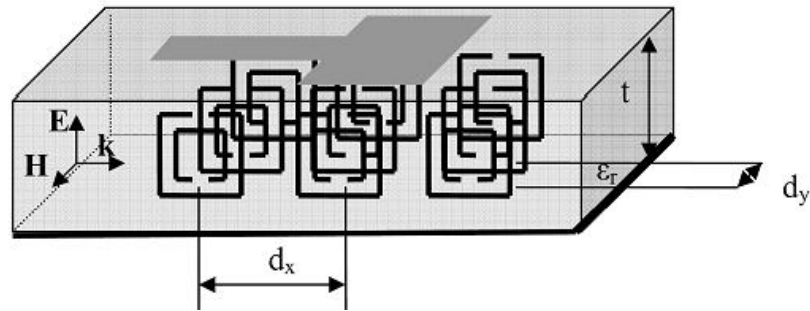


Figure I-13 - Antenne micro ruban imprimée sur substrat chargé par SRRs structure [65]

Récemment, plusieurs études ont été menées pour utiliser ces nouveaux matériaux dans des structures antennaires afin de leur apporter une agilité [66]–[68]. L'étude de *Lin et al* [67] a montré un système qui consiste en une antenne boucle imprimée sur un substrat chargé par des structures « *Split Ring Résonators* (SRRs) » et des hétérojonctions phototransistors (HPT) (Figure I-14). Le transistor aide à changer la capacité locale de la SRRs et ainsi déplacer sa fréquence de résonance et, par conséquent, rendre la possibilité de reconfigurer la charge inductive de l'antenne. Cette conception permet de changer la fréquence de rayonnement de l'antenne de 41,5 GHz à 44 GHz sous une tension continue de 0 à 12V. L'inconvénient de cette technique est la complexité de fabrication et les pertes introduites par les éléments parasites des transistors et des résonateurs.

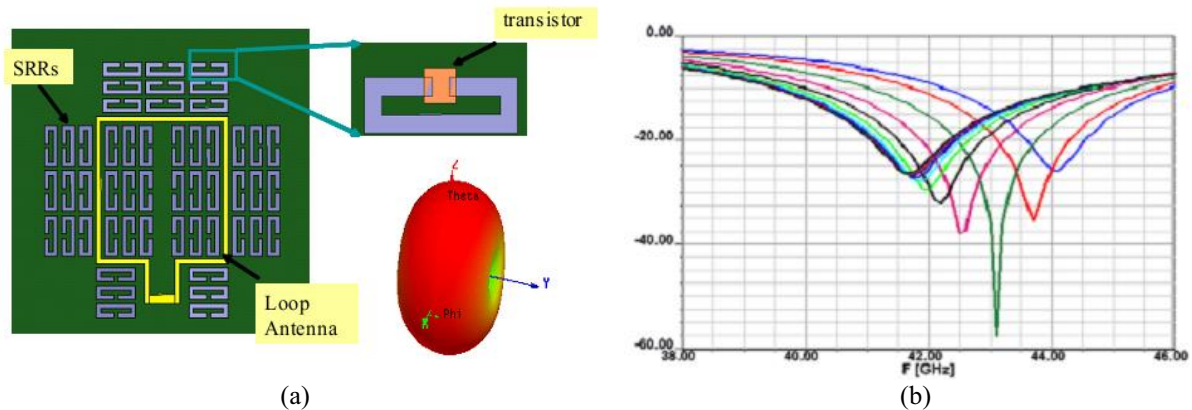


Figure I-14 –Antenne en boucle chargée par SRRs et HPT et son rayonnement a) le coefficient de réflexion selon la tension appliquée (0 à 12V) b)[67]

### III.3.5.2. Cristaux liquides

Les cristaux liquides sont des matériaux qui associent, dans leur phase métastable (souvent appelée mésophase), les propriétés de la phase liquide et celles de la phase solide cristalline. Généralement, ils sont utilisés pour leurs propriétés optiques et dans des applications



d'affichage tel que les écrans LCD. Ces matériaux présentent une variation de leurs propriétés diélectriques très sensible à l'application d'une tension électrique, voir magnétique.

Pour les applications en micro-ondes, la phase des cristaux liquides la plus utilisée est la nématique [69]. Cette phase est constituée de molécules de forme allongée, présentant une orientation moyenne suivant une direction bien définie qui est maintenue grâce à la présence d'une couche de PVA (PolyVinylAlcohol). Les molécules peuvent basculer sous l'application d'un champ électrique externe appliqué (Figure I-15) et s'aligner suivant sa direction afin de faire varier la permittivité du matériau et ainsi apporter l'agilité au dispositif.

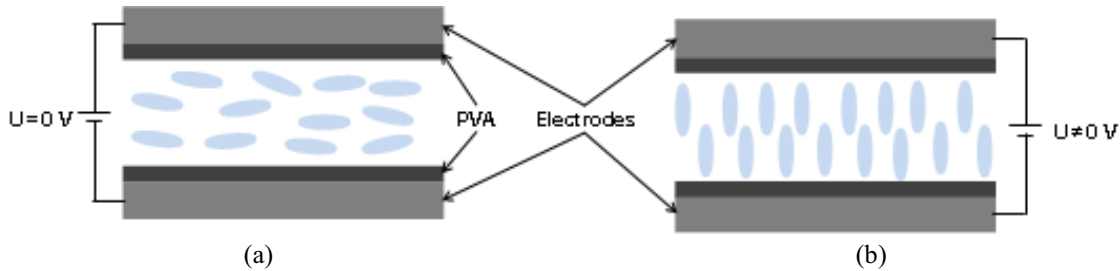


Figure I-15 - Schéma de principe d'une capacité à base de cristaux liquides, sans présence de champ électrique (a) et avec champ électrique (b)

Plusieurs études montrent la présence d'agilité dans la conception d'antennes basées sur cette technologie [70]–[74]. Dans le travail de *Liu et Langley* [71], une antenne micro ruban avec des dimensions de 20 mm x 15 mm, rayonnant aux alentours de 5 GHz, est réalisée en utilisant les cristaux liquides. Une agilité de 4 %, sous une tension DC de 10 V, a été obtenue (Figure I-16). Mais les pertes importantes du matériau (0,12) ont entraîné une efficacité d'antenne d'environ 20 % et 35 % sous tension continue de 0 V et 10 V respectivement, soit un champ faible de 0,2 kV/cm (épaisseur de 0,51 mm).

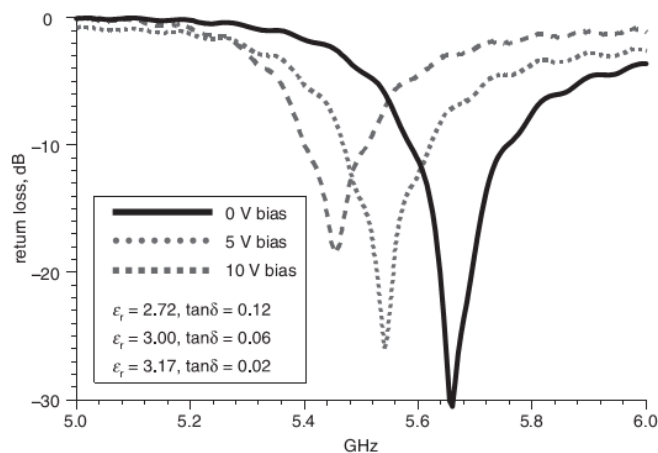


Figure I-16 – Coefficient de réflexion d'une antenne microruban utilisant des cristaux liquides [71]

L'avantage de ces matériaux reste la faible valeur de champ électrique nécessaire à la commande, permettant une agilité significative. Cependant, les pertes trop élevées apportées par ces matériaux, ainsi que le temps de réponse (de plusieurs secondes), restent les inconvénients majeurs à leur utilisation dans des dispositifs hyperfréquences reconfigurables.



### III.3.5.3. Matériaux ferromagnétiques

Les ferromagnétiques sont des matériaux qui possèdent une perméabilité modulable en fonction du champ magnétique qui leur est appliqué. Ces matériaux sont définis par leur aimantation à saturation, leur aimantation rémanente et par leur champ coercitif. Ce dernier doit être faible pour une utilisation dans des dispositifs hyperfréquences.

En hyperfréquence, les matériaux magnétiques les plus utilisés sont les ferrites. Plusieurs exemples d'antennes microrubans réalisées sur un substrat ferrite ont été publiés et permettent d'obtenir une variation en fréquence parfois importantes (39 %) [75]–[77]. Les efficacités rayonnées ne sont pas explicitement données mais d'après les gains, des valeurs élevées d'efficacité peuvent être attendues avec des ferrites à faibles pertes. Comme exemple, une antenne microruban décrite dans [75] est déposée sur un substrat de ferrite d'épaisseur  $d = 1,27$  mm, de permittivité  $\epsilon_r = 15$  et d'aimantation à saturation de  $4\pi M_s = 1720$  G, est montrée Figure I-17. Les dimensions de cette antenne sont de 1,4 cm x 1,8 cm et elle est alimentée par une sonde coaxiale.

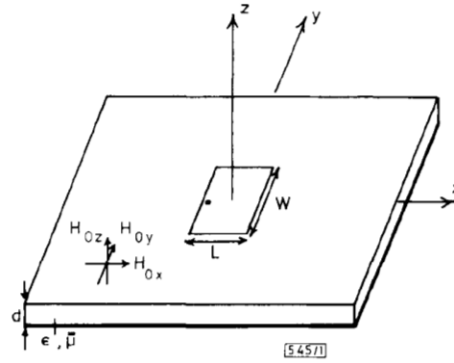


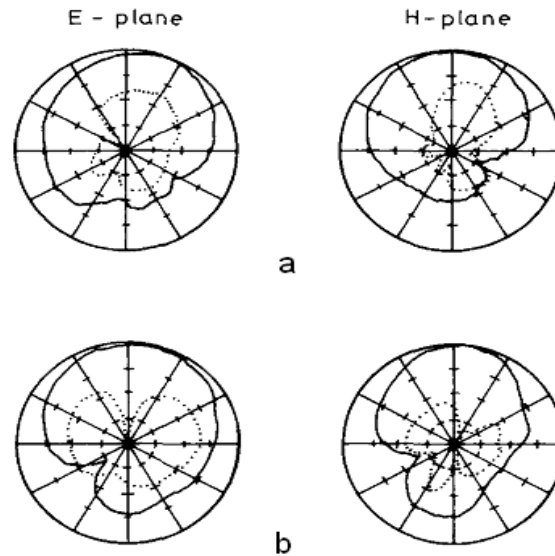
Figure I-17 - Géométrie de l'antenne avec un substrat de ferrite [75]

Afin d'aimanter la ferrite, un aimant est placé à une distance modulable du substrat (selon le champ magnétique souhaité), et est déplacé selon les axes  $x$ ,  $y$  et  $z$ . Une variation en fréquence, en fonction de la direction et de la valeur du champ magnétique appliquée, est observée. Une variation maximale en fréquence de 39 % a pu ainsi être obtenue suivant l'axe  $y$  (Tableau I-2).

Axe d'aimantation	Variation en fréquence (GHz)	Agilité (%)
$x$	4,6 - 5,5	16
$y$	4,6 – 2,8	39
$z$	4,6 – 5,5	16

Tableau I-2 - Variation, en fonction de l'axe d'aimantation du substrat, de la fréquence de travail d'une antenne réalisée sur un substrat de ferrite [75]

Le gain de l'antenne ainsi que la forme du diagramme de rayonnement obtenu restent proches de ceux d'une antenne microruban classique, même si une polarisation croisée plus importante est observée sur cette réalisation (Figure I-18).



**Figure I-18 – Mesure de rayonnement d’antenne a) sans champ de polarisation (4,6 GHz) et b) avec champ de polarisation (2,81 GHz). La co-polarisation en trait plein et polarisation croisée en pointillés. [75]**

Cependant, l’utilisation des matériaux ferrites dans les dispositifs hyperfréquence est limitée par les faibles valeurs d’aimantation obtenues, mais surtout par leur forte conductivité électrique qui induit des pertes importantes par courant de fuite [78]. Différentes études se sont penchées sur ce problème, afin d’utiliser ces matériaux sous forme de composites, en leurs associant des matrices à base de matériaux isolants pour minimiser leurs pertes [78], [79].

De plus, la limitation apportée par l’intégration dans les dispositifs de la commande magnétique (bobines volumineuses et lourdes) reste problématique, et a d’ailleurs motivé plusieurs études en cours afin de pallier à cette contrainte [80].

### III.4. Antennes agiles en fréquence utilisant des matériaux ferroélectriques

Comme introduit précédemment, l’objet principal de ce travail de thèse se concentre sur l’utilisation des matériaux à permittivité accordable sous forme des couches minces pour la conception des antennes agiles en fréquence. Nous ne citerons ici que des exemples d’utilisations de ces matériaux dans la bibliographie et nous rentrerons plus en détail sur la définition et les caractéristiques de ces matériaux dans le paragraphe suivant.

Les matériaux ferroélectriques sont le « pendant électrique » des matériaux ferromagnétiques : ils présentent une variation non linéaire de leur permittivité en fonction d’une commande en tension électrique continue externe. Cette propriété permet de les utiliser comme substrat pour dispositifs reconfigurables.

Les avantages des matériaux ferroélectriques sont nombreux, tout d'abord, la commande électrique est plus facile à intégrer que la commande magnétique des matériaux ferromagnétiques. Aussi, les faibles valeurs du champ électrique de commande ainsi que le temps de commutation assez faible, font de ces matériaux des candidats idéals pour la reconfigurabilité. Cependant, leur inconvénient majeur réside dans leurs pertes diélectriques qui restent relativement importantes. De nombreuses études cherchent à limiter soit les pertes intrinsèques de ces matériaux, par exemple par dopage [81]–[83] ou par réalisation de composite ferroélectrique-diélectrique [84]–[86], soit de réduire les pertes globales du dispositif par la localisation de ces matériaux dans les zones actives de ce dispositif [87], [88].

De nombreuses études ont été réalisées pour l'utilisation de matériaux ferroélectriques dans les dispositifs hyperfréquences, tels que les filtres reconfigurables [89], les déphaseurs [90]... Nous nous concentrons ici sur les solutions utilisées pour la conception d'antennes agiles en fréquence.

### III.4.1. Utilisation de substrat ferroélectrique

La reconfigurabilité est ici obtenue en plaçant une structure rayonnante sur un substrat ferroélectrique de permittivité variable. Le substrat utilisé peut-être sous forme volumique (céramique) [91] ou sous forme de film épais déposé sur un support [92]. La variation de la permittivité du substrat conduit au changement du rayonnement d'antenne, soit en fréquence soit en forme du diagramme de rayonnement. Dans le travail de Castro-Vilaro [92], la fréquence de rayonnement d'une antenne fente [92] est déplacée de 27,46 GHz à 25,65 GHz quand la permittivité de la couche mince est supposée varier entre 400 et 1200.

Cette solution, actuellement limitée par la difficulté d'application de champ suffisamment élevé pour la commande, n'existe dans l'état de l'art qu'en étude numérique.

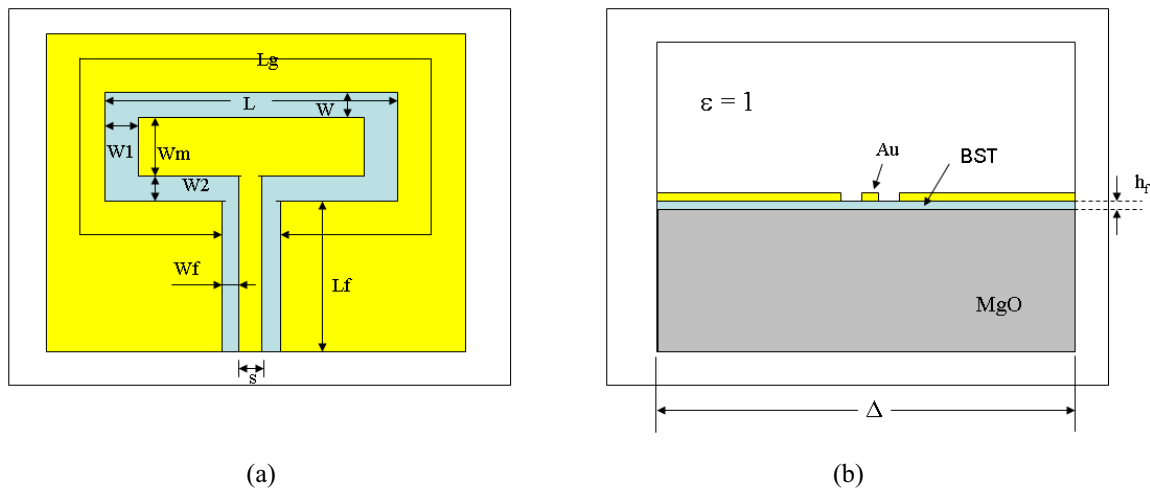


Figure I-19 – Antenne fente sur substrat ferroélectrique a) vue de dessus et b) vue en coupe [91]

### III.4.2. Composant discret à base de matériaux ferroélectriques

L'utilisation des matériaux ferroélectriques dans des circuits antennaires reconfigurables a suscité de nombreuses études, mais la bibliographie sur leur intégration reste finalement

limitée de par le développement récent de la technologie "couches minces" des ferroélectriques qui doit être compatible avec les standards de la fabrication des circuits RF [93].

La solution la plus utilisée pour l'insertion des matériaux ferroélectriques dans des antennes reconfigurables est celle de l'intégration d'une capacité locale à base de ces matériaux. Cette capacité, bien placée dans le circuit, pourra modifier la longueur électrique de l'antenne et ainsi changer sa fréquence de résonance. Cette solution a deux types d'implémentation, la première est réalisée par la création d'un composant *discret*, la seconde est basée sur une *implémentation monolithique*.

#### III.4.2.1. Implémentation de composant discret

Cette solution est réalisée par la création d'un composant *discret* reconfigurable (capacité ou varactor) [94], [95]. Un exemple de cette réalisation est cité dans le travail de Cardona [96] sur la conception d'antenne avec une capacité reconfigurable à base de couche mince BST ( $Ba_xSr_{1-x}TiO_3$ ) (Figure I-20). Cette antenne permet de couvrir une large bande de fréquence allant de 700 MHz à 960 MHz pour les applications de téléphonie "mobile".

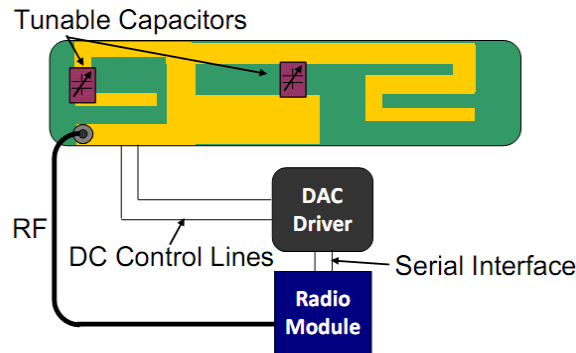


Figure I-20 – Antenne avec capacité BST reconfigurable pour les applications mobiles [96]

#### III.4.2.2. Implémentation monolithique

L'autre implémentation possible est celle de concevoir avec le circuit d'antenne, un composant monolithique, souvent une capacité, reconfigurable [97]–[100]. Dans leur travail, Li et al. [100] ont utilisé la structure de capacités interdigitées à base de film mince BST de 200 nm. Ces capacités sont placées à plusieurs endroits dans la fente d'une antenne loop (Figure I-21). Sous une tension continue de 0 à 39V, soit un champ électrique maximal de 1950 kV/cm, la fréquence de résonance d'antenne a été déplacée de 15,18 GHz à 15,36 GHz.

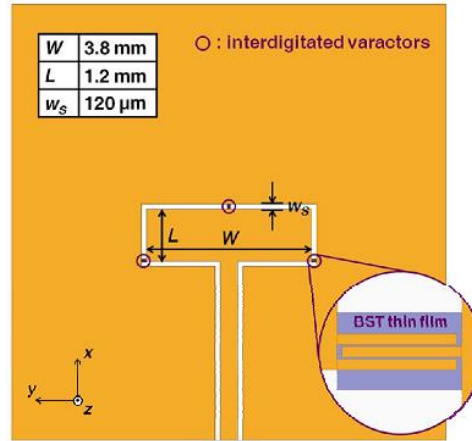


Figure I-21 – Antenne fente avec les varactors à base de film mince BST [100]

Par ailleurs, Jiang et al. [98] ont utilisé neuf capacités à base de couches minces BST intégrées dans une structure d'antenne à fente rectangulaire (Figure I-22). Ces capacités reconfigurables sous une tension continue induisent une agilité en fréquence de l'antenne. Cette conception a permis d'obtenir une variation de fréquence de 5,3 GHz à 5,8 GHz, sous l'application d'une tension DC de 0 à 7 V (champ statique équivalent de 0 et 280 kV/cm respectivement). Un gain maximal de – 3dBi a été mesuré (Figure I-23) sur cette antenne.

L'inconvénient de cette solution reste l'alimentation d'antenne et la polarisation externe de la capacité qui doivent s'effectuer à travers une micro sonde. Ceci rend difficile la mesure du rayonnement de l'antenne.

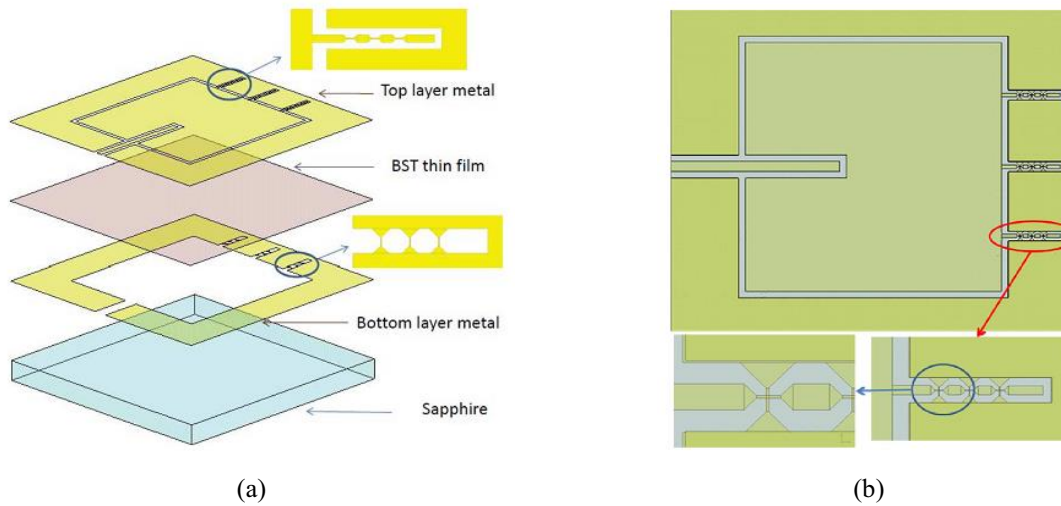


Figure I-22 – Antenne fente rectangulaire avec des capacités intégrées à base de film mince BST [98] ; a) empilement des couches et b) zoom sur les capacités

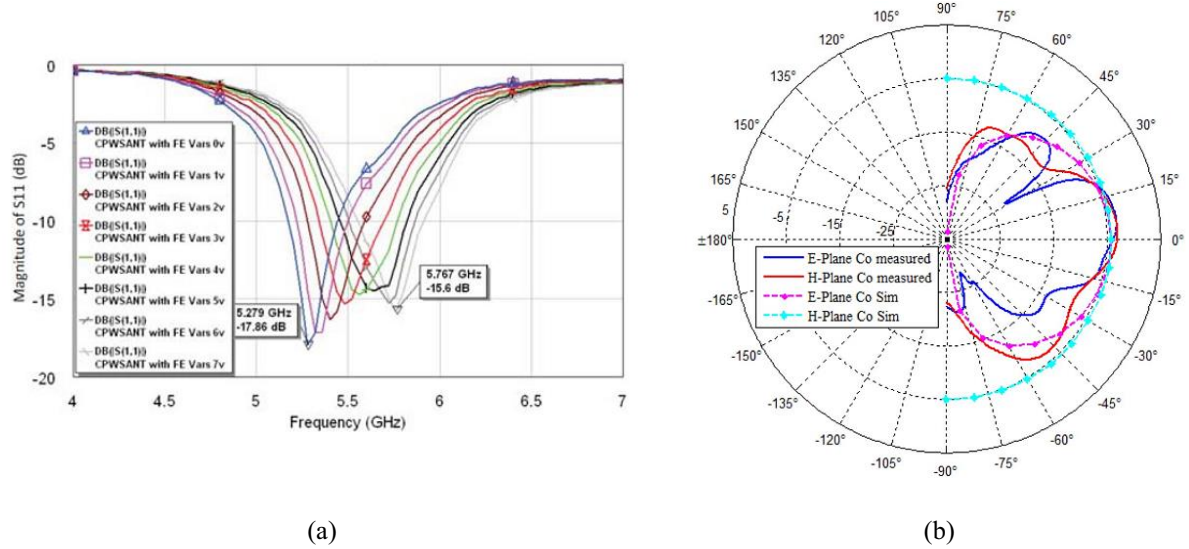


Figure I-23 – a) Coefficient de réflexion en fonction de la tension continue et b) rayonnement ( $V= 0V$ ) de l'antenne avec les capacités ferroélectriques

### III.5. Conclusion

Dans cette partie du chapitre nous avons expliqué brièvement le principe des antennes agiles, en citant leurs avantages ainsi que leurs inconvénients. Les différentes techniques utilisées dans la littérature pour apporter la reconfigurabilité à une antenne ont été mentionnées telles que l'utilisation de diode PIN, de varactor, d'une combinaison des deux, de MEMS et aussi de matériaux à propriétés spécifiques. Les avantages et les inconvénients de ces différentes technologies ont été mentionnés.

## IV. LES MATERIAUX FERROELECTRIQUES

Nous avons, dans la partie précédente, cité les quelques solutions étudiées et/ou utilisées pour la reconfigurabilité des dispositifs antennaires dans le domaine des hyperfréquences. Pour cette thèse nous avons choisi l'utilisation de nouveaux matériaux La-Ti-O-N susceptibles d'être ferroélectriques pour la conception d'antennes agiles. Ce paragraphe sera dédié, tout d'abord, à l'explication des principes et des phénomènes ferroélectriques puis à la présentation des nouveaux composés qui seront utilisés dans la suite de ce manuscrit. La bibliographie sur l'utilisation de ces nouveaux matériaux La-Ti-O-N dans des dispositifs micro-ondes étant inexistante, nous présenterons quelques résultats d'études précédentes réalisées à l'IETR, qui ont d'ailleurs motivé les travaux de cette thèse.

### IV.1. Définition

Un matériau ferroélectrique est défini comme étant un matériau diélectrique présentant une polarisation électrique permanente en l'absence d'un champ électrique extérieur appliqué. Ce phénomène est appelé polarisation spontanée et résulte du fait que, dans l'état

ferroélectrique, les centres de gravité des charges positives et négatives ne coïncident pas. Ceci nécessite que ces matériaux soient cristallins, polaires et non-centrosymétriques.

La classification cristalline des matériaux est présentée dans la Figure I-24. Nous pouvons en déduire qu'un matériau ferroélectrique est nécessairement *pyroélectrique* (matériau qui se polarise en fonction de la température), *piézoélectrique* (matériau qui se polarise sous l'action d'une contrainte mécanique et inversement) et *non centrosymétrique*.

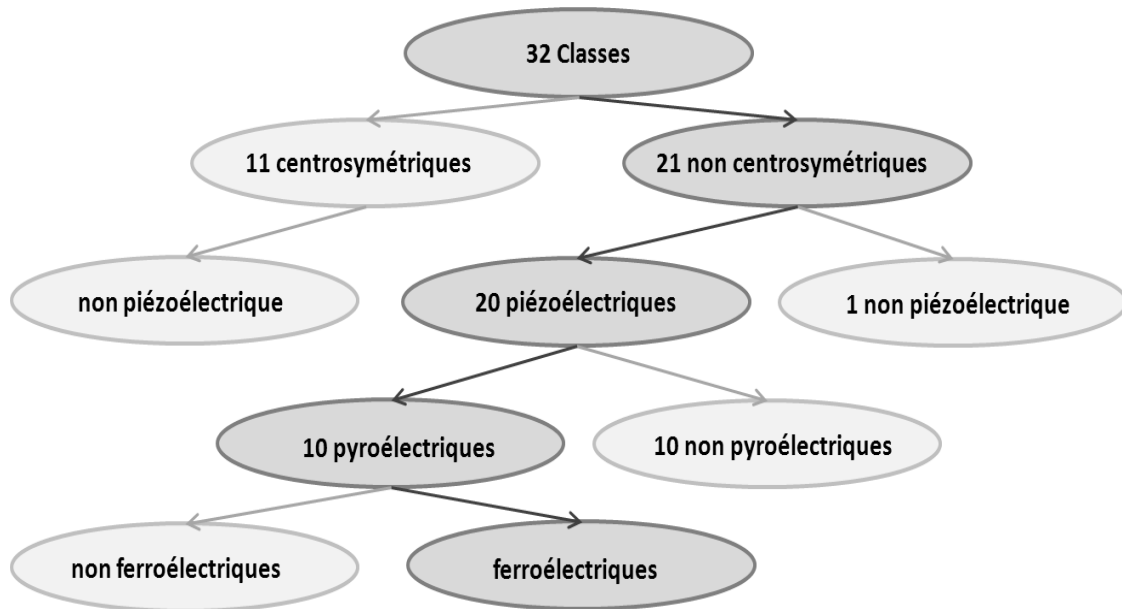


Figure I-24 - Les différentes structures cristallines

## IV.2. Transition de phase et Température de Curie

La ferroélectricité n'existe que dans un certain domaine de température : elle disparaît au-dessus d'une température de transition appelée Température de Curie (notée  $T_C$ ). Au-dessus de  $T_C$ , le matériau est dans sa phase paraélectrique.

Il existe principalement deux phénomènes qui engendrent la polarisation spontanée des matériaux ferroélectriques. Le premier est relatif à une transition ordre  $\leftrightarrow$  désordre ; dans ce cas de figure et dans la phase paraélectrique, les moments dipolaires sont orientés de façon désordonnée, ce qui mène, à l'échelle macroscopique, à une polarisation globale nulle. Dans la phase ferroélectrique, les moments dipolaires s'organisent spontanément et une contribution globale non nulle, à l'échelle macroscopique, de la polarisation apparaît. Le second phénomène responsable de la transition ferro/paraélectrique est celui d'une instabilité structurale, par exemple dans des structures de type  $ABO_3$  comme le  $BaTiO_3$ . Dans ce cas, les barycentres des charges positives et négatives des mailles élémentaires du matériau coïncident dans la phase paraélectrique (maille cubique), mais s'écartent en dessous de la  $T_C$  (phase ferroélectrique, maille tétragonale) pour faire apparaître des moments dipolaires et à l'échelle macroscopique, une polarisation spontanée non nulle du matériau (Figure I-25).



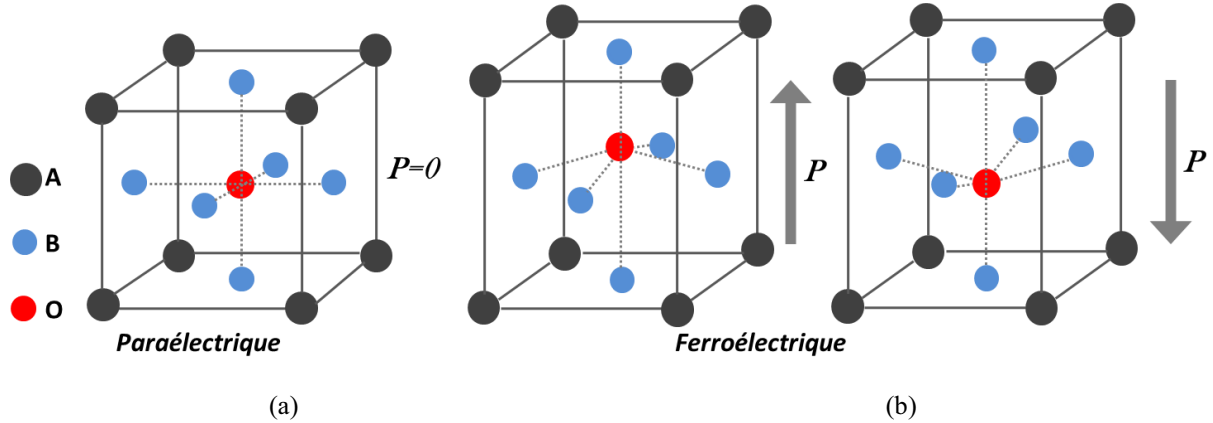


Figure I-25 - Structure cristalline de type  $ABO_3$  (exemple  $BaTiO_3$ ) dans ses phases : (a) paraélectrique (maille cubique) et (b) ferroélectrique (maille tétragonale)

La transition entre les phases ferroélectrique et paraélectrique est aussi accompagnée par un maximum de permittivité  $\epsilon_r$  du matériau (Figure I-26). Même si cela est synonyme d'une forte polarisation, les matériaux ferroélectriques sont souvent utilisés en dehors de cette transition de phase afin de s'éloigner de toute anomalie qui pourrait intervenir lors de cette transformation de phase.

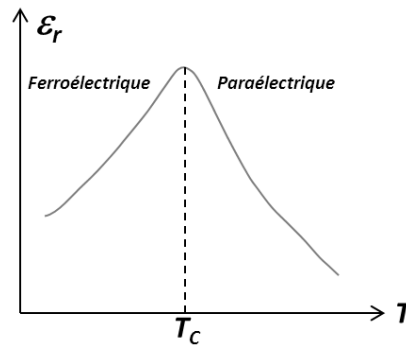


Figure I-26 - Représentation de la variation de la permittivité diélectrique des matériaux ferroélectriques en fonction de la température.

### IV.3. Domaines ferroélectriques et Hystérésis

La polarisation des matériaux ferroélectriques peut être modifiée en signe et en amplitude par application d'un champ électrique externe [101]. La variation de polarisation peut avoir deux allures différentes, suivant la phase dans laquelle le matériau se trouve (ferro ou para) et donc suivant la température (inférieure ou supérieure à  $T_c$ ).

Initialement, la polarisation d'un matériau ferroélectrique est nulle (Figure I-27a) ; elle augmente au fur et mesure que le champ électrique externe appliqué augmente jusqu'à une valeur maximale, correspondant à un alignement parfait de tous les moments dipolaires, nommée polarisation à saturation ( $+P_s$ ). Lorsque ce champ continu externe diminue, la polarisation du matériau diminue, mais atteint une valeur non nulle (nommée polarisation



rémanente  $+P_r$ ) lorsque la valeur de champ appliqué est nulle. Pour annuler cette polarisation, un champ électrique opposé doit être appliqué (nommé champ coercitif  $-E_c$ ). En augmentant ce champ en valeur négative, la polarisation augmente jusqu'à la saturation ( $-P_s$ ). Afin de compléter le cycle, le champ est augmenté, pour passer par la polarisation rémanente ( $-P_r$ ), puis par la polarisation à saturation ( $+P_s$ ). Le cycle suivi par le matériau ferroélectrique montre ainsi une hystérésis de la polarisation.

La variation de la polarisation de la phase paraélectrique en fonction de l'intensité du champ électrique est présentée Figure I-27b. Contrairement à la phase ferroélectrique qui possède un effet mémoire de la polarisation ( $+P_r$  et  $-P_r$ ) en absence du champ électrique, la phase paraélectrique montre une augmentation de la polarisation en fonction du champ jusqu'à la saturation, qui redevient nulle lorsque ce champ est supprimé.

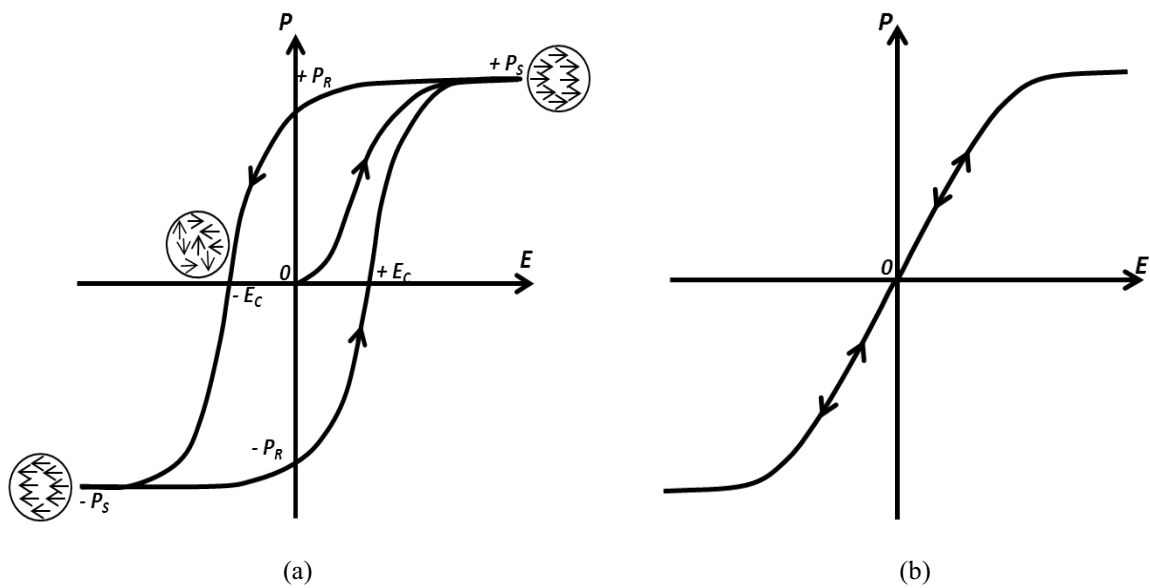


Figure I-27 - Polarisation d'un matériau ferroélectrique en fonction du champ électrique externe

a)  $T < T_c$  et b)  $T > T_c$

Afin de comprendre l'évolution de la polarisation en fonction du champ électrique dans la phase ferroélectrique, il faut considérer le matériau à l'échelle microscopique. Concrètement, ces matériaux sont constitués d'une multitude de régions (nommés domaines) dans lesquelles la polarisation spontanée possède la même orientation. Ces domaines sont séparés par des frontières (appelés parois de domaines) qui constituent la transition d'orientation de polarisation entre deux domaines. Lors de l'application d'un champ électrique externe, la polarisation des domaines va au fur-et-à-mesure s'orienter suivant le champ appliqué ; les domaines dont l'orientation est parallèle au champ vont croître jusqu'à ne constituer qu'un seul domaine parfaitement aligné avec le champ externe (polarisation à saturation) (Figure I-28).

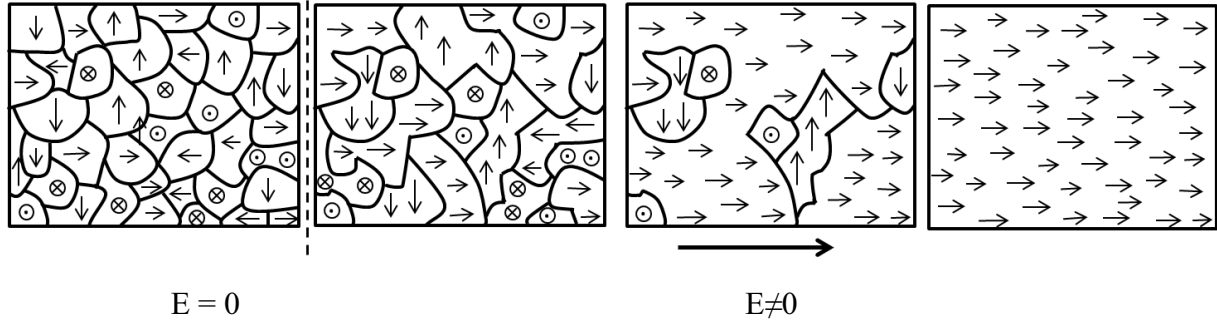


Figure I-28 - Représentation schématique de l'orientation des domaines en fonction du champ électrique externe (la valeur de champ augmentant de gauche à droite)

#### IV.4. Variation de la permittivité des matériaux ferroélectriques

La propriété connexe des matériaux ferroélectriques est la variation non-linéaire de leur permittivité en fonction d'un champ électrique externe. Une forme caractéristique de la variation de  $\epsilon_r$  en fonction de la valeur de champ dans la phase ferroélectrique (à  $T < T_C$ ) est nommée ailes de papillon (Figure I-29a). Cette forme d'hystérésis disparaît dans la phase paraélectrique (Figure I-29b). Concrètement, c'est la variation de la permittivité en présence d'un champ électrique (appelée accordabilité) qui est mise à profit pour la réalisation de dispositifs reconfigurables.

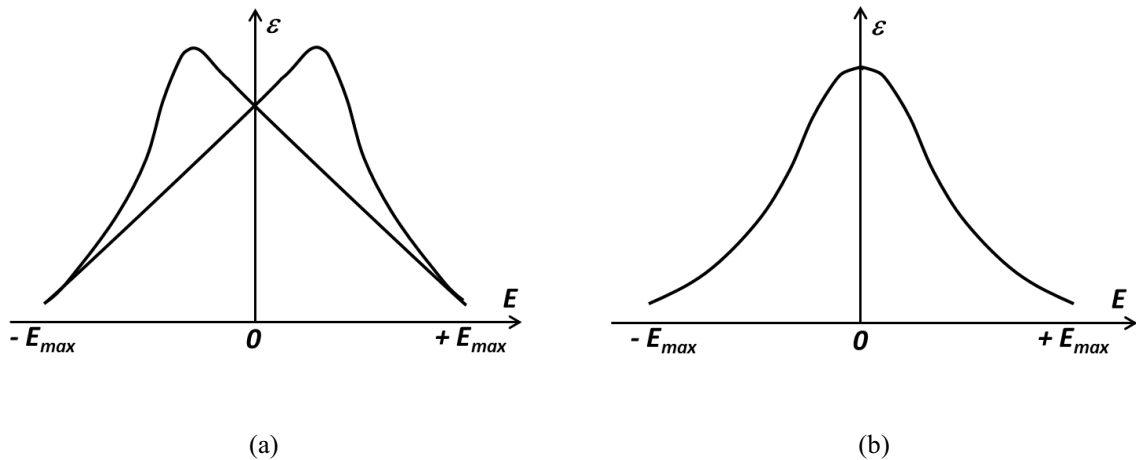


Figure I-29 - Représentation de l'évolution de la permittivité diélectrique du matériau ferroélectrique a) à  $T < T_C$  et b) à  $T > T_C$

#### IV.5. Intérêt des couches minces ferroélectriques pour les dispositifs reconfigurables

Les couches minces sont généralement des films d'épaisseur submicronique. Elles ont connu un développement important ces dernières décennies et sont largement intégrées dans des processus de fabrication de composants électroniques afin d'améliorer leur performances tout en répondant à des contraintes de plus en plus fortes de miniaturisation [93]. L'avantage

des films minces de matériaux ferroélectriques par rapport à leur forme massive (épaisseur de quelques mm), est que leur intégration dans des dispositifs agiles a conduit à la grande diminution de la tension de polarisation requise et aussi à des pertes induites plus faibles. De plus, les films minces sont moins coûteux que les monocristaux et peuvent être déposés sur des substrats de diverses natures, dimensions et géométries.

L'organisation structurale d'un matériau en couche mince résulte de la combinaison de nombreux paramètres (méthode et conditions de dépôt, nature du substrat, composition chimique, ...). Nous définissons brièvement les différents types d'empilements structuraux pouvant être obtenus lors du dépôt de films :

- Couche mince amorphe : elle n'est pas cristallisée et ne présente donc aucun ordre à longue ou moyenne distance (Figure I-30a).
- Couche mince cristallisée et il existe trois cas possibles :
  - Polycristalline : la couche est composée de nombreux grains cristallisés dont les axes cristallographiques sont aléatoirement orientés entre eux et avec ceux du substrat (Figure I-30b).
  - Orientée (ou texturée) : les grains qui la composent présentent tous une orientation préférentielle d'un de leurs axes cristallographiques selon la direction de croissance, le plus souvent selon un des axes du substrat (Figure I-30c).
  - Epitaxiée : les trois axes cristallographiques de la couche coïncident avec les axes du substrat (Figure I-30d).

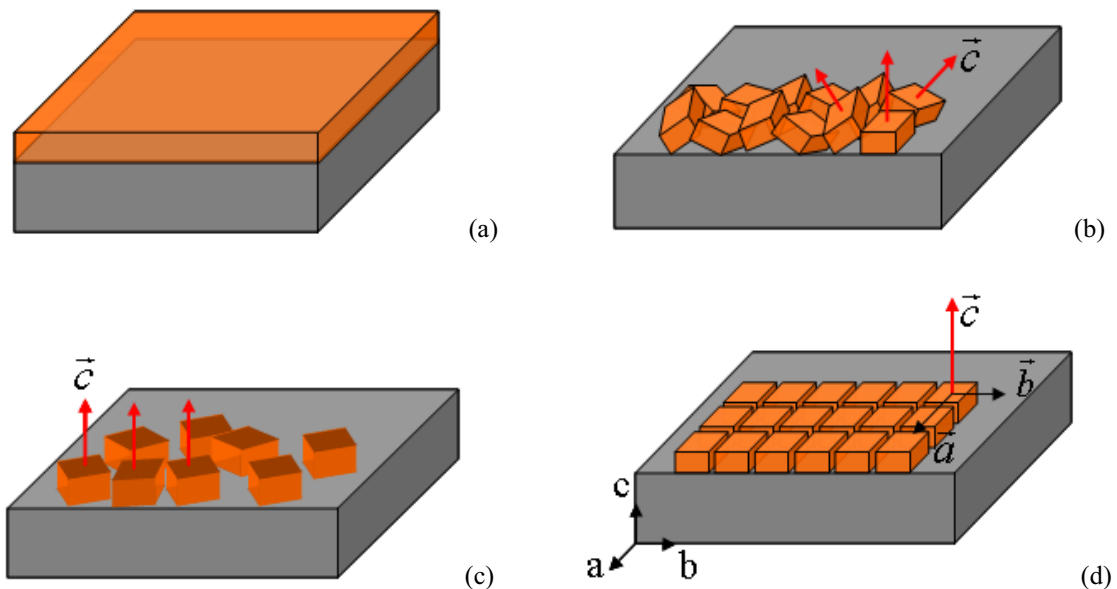


Figure I-30 - Structures cristallines des couches minces (a) amorphe, (b) polycristalline, (c) orientée, (d) épitaxiée

## IV.6. Les matériaux étudiés

Dans cette partie, nous allons nous intéresser aux matériaux utilisés durant ces travaux de thèse. Nous allons présenter brièvement la structure perovskite, puis les composés étudiés : ceux de la famille La-Ti-O-N avec les résultats des travaux précédents qui ont motivé cette étude, et le composé BST.

### IV.6.1. Les matériaux perovskites

Les minéraux perovskites ont d'abord été associés au titanate de calcium  $\text{CaTiO}_3$ , en l'honneur du minéralogiste russe Lev Perowski (1792-1856). Ce terme est maintenant universellement utilisé pour tous les composés oxydes, et oxynitrures, qui ont la structure caractéristique  $\text{ABX}_3$  décrite en Figure I-31, où A est souvent un lanthanide ou un alcalino-terreux, B est un métal de transition et X est un atome d'oxygène ou d'azote. Pour chaque maille cubique, le cation A occupe les sites de coordination 12 à chaque sommet du cube, le cation B de plus petit rayon est localisé au centre du cube. Cette structure laisse apparaître l'existence d'empilements d'octaèdres  $\text{BO}_6$  (Figure I-31).

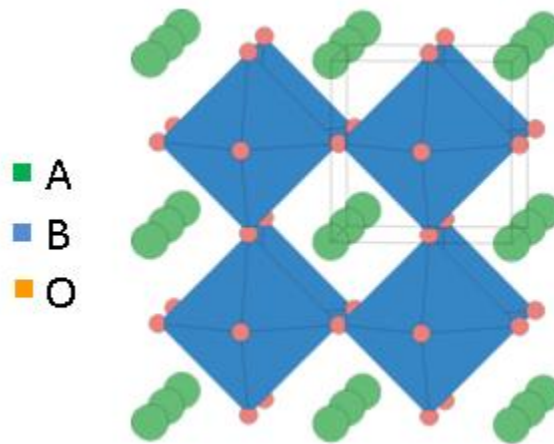


Figure I-31 - Maille cristalline perovskite

La plupart des oxydes et oxynitrures perovskites présentent une structure de bandes, avec une bande de valence dont le haut est occupé par les orbitales anioniques et une bande de conduction dont le bas est occupé par les orbitales du métal de transition. Suivant la largeur de la bande interdite (Band-gap  $E_g$ ), les composés sont électriquement isolants ou semi-conducteurs. La substitution de l'oxygène par l'azote conduit à une diminution de la bande interdite, induisant une absorption de tout ou d'une partie du rayonnement visible par les oxynitrures ainsi créés. Contrairement aux perovskites oxydes, qui sont généralement incolores ou blancs ( $E_g > 3,1 \text{ eV}$ ), les oxynitrures présentent des couleurs vives (Figure I-32). En jouant sur la composition cationique (taille du cation A et électronégativité du cation B) et /ou sur la variation de la teneur en azote des composés, il est ainsi possible d'ajuster le band-gap à la valeur voulue et d'obtenir toute une palette de composés colorés.

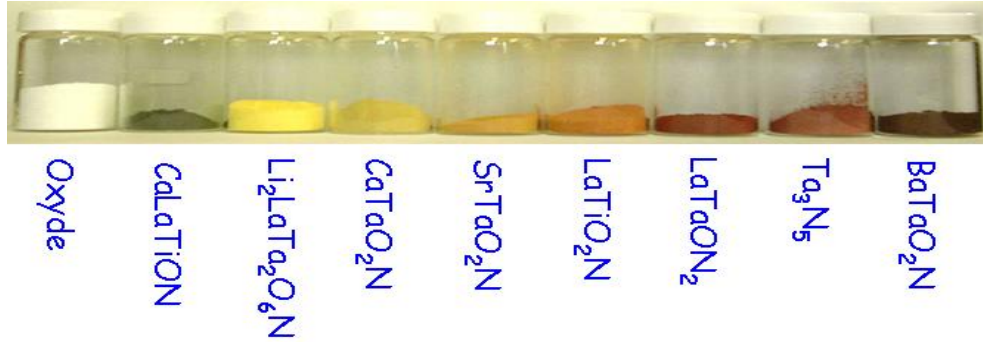


Figure I-32 - Les oxynitrides avec leurs couleurs [102]

#### IV.6.1.1. Les matériaux La-Ti-O-N

Les matériaux de la famille La-Ti-O-N étudiés dans cette thèse possèdent une structure perovskite. Cette dernière peut se déduire de celle du titanate de barium ( $\text{BaTiO}_3$ ) par une double substitution, du barium par le lanthane et d'une partie de l'oxygène par de l'azote [103], [104] (Figure I-33). Les compositions perovskites La-Ti-O-N se situent entre les composés stœchiométriques de l'oxyde  $\text{LaTiO}_3$  et de l'oxynitride  $\text{LaTiO}_2\text{N}$ . Ces matériaux déposés sous forme de films minces à l'IUT de St Brieuc (Figure I-34), présentent des propriétés électriques et optiques différentes comme nous le verrons dans le chapitre III.

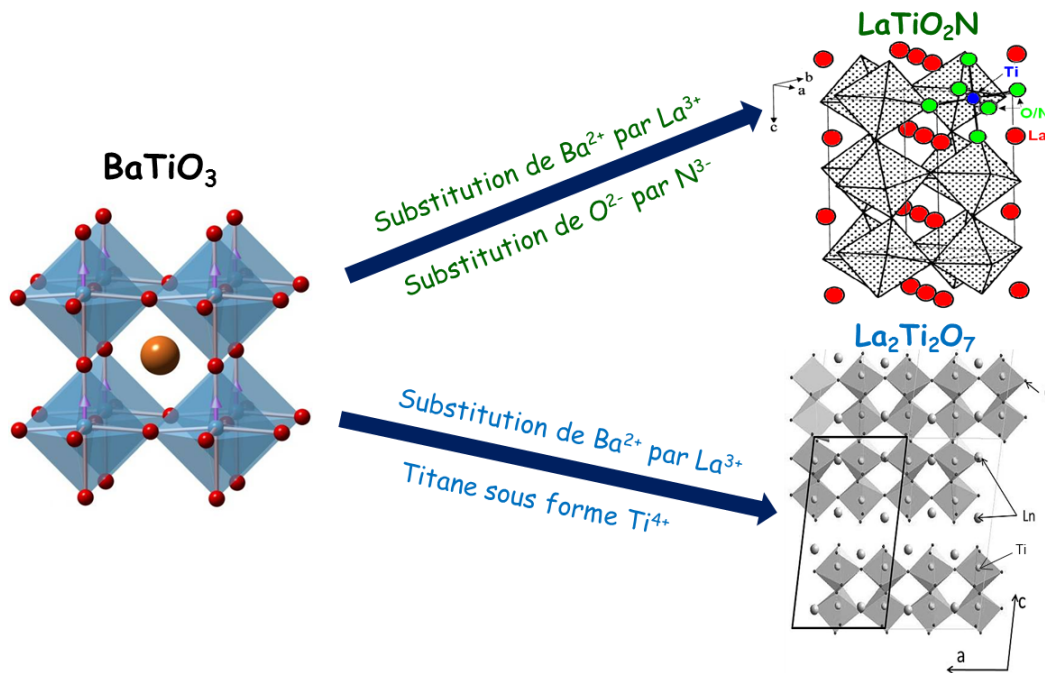


Figure I-33 - Substitution de la maille  $\text{BaTiO}_3$  pour la réalisation des composés  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  [104] et  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  [105]

Outre leur propriété originale de photocatalyse sous lumière visible pour la production d'hydrogène à partir de l'eau [106], [107], l'oxynitride  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  présente des caractéristiques diélectriques intéressantes. Il montre une forte valeur de permittivité ( $> 100$ ) et des pertes relativement faibles à basses fréquences ( $\sim 2 \cdot 10^{-2}$  à 1 MHz). Il a été montré durant la thèse

de Ahmed Ziani [108] la possibilité de moduler la teneur en azote des couches minces LaTiOxNy (Figure I-34) et par la même de varier les propriétés diélectriques des films.

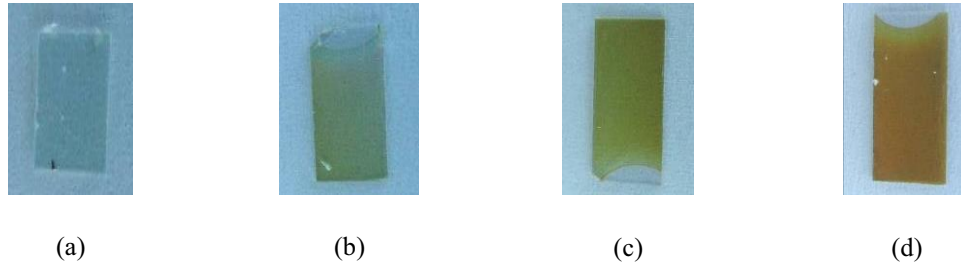


Figure I-34 - Les couches mince La-Ti-O-N en fonction du pourcentage d'azote dans le film (% de l'azote augmentant de gauche vers la droite) [108]

Il a été montré que les propriétés des films minces LaTiO<sub>2</sub>N dépendent fortement du taux d'azote dans les films mais aussi de leurs cristallisations. La Figure I-35 montre qu'une constante diélectrique plus stable en fréquences et des pertes plus faibles sont obtenues sur les films épitaxiaux contenant peu d'azote (LTON-258).

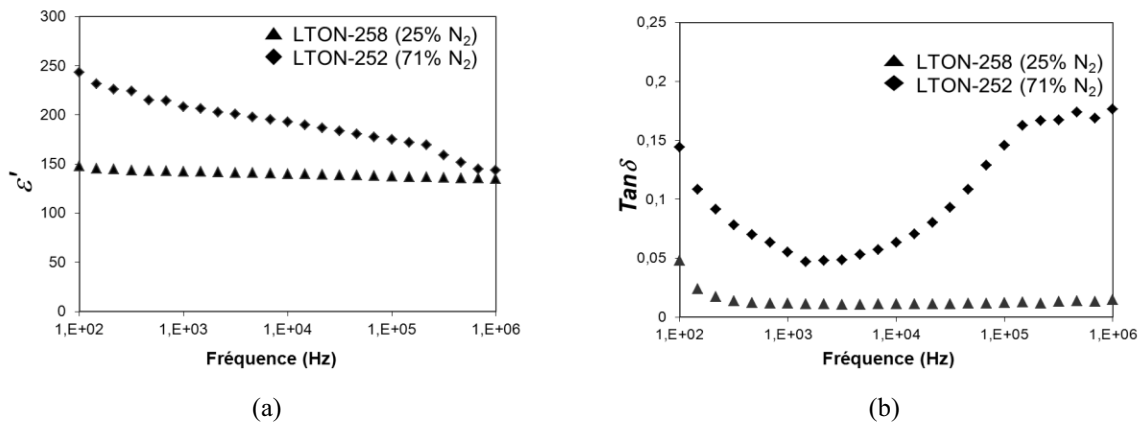


Figure I-35 – Constante diélectrique (a) et tangente des pertes (b) de couches minces LaTiO<sub>2</sub>N déposées sur substrat Nb-SrTiO<sub>3</sub> et avec différents taux d'azote dans le plasma : LTON-258 (25 %) et LTON-252 (71 %) [108]

Une accordabilité importante (72 %) a été obtenue avec le matériau LaTiO<sub>2</sub>N sur des structures MIM en basses fréquences [109], [110], sous un champ continu de 200 kV/cm (Figure I-36). Ces résultats prometteurs ont été le moteur des présents travaux de thèse.

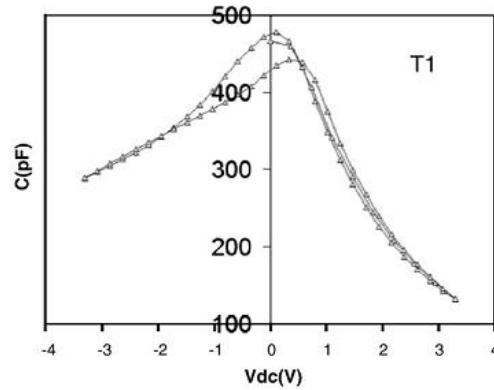


Figure I-36 – Capacité, en fonction de la tension DC appliquée, d’une structure MIM à base de couche mince  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  (Substrat Pt/Si) [110]

Notre but sera d’étudier les propriétés des composés oxydes et oxynitrides La-Ti-O-N en hautes fréquences et de les intégrer dans des structures antennaires reconfigurables. Il faut noter ici qu’une autre thèse réalisée parallèlement à celle-ci par M. Yu LU et soutenue le 25 octobre, était dédiée à l’optimisation du dépôt des films minces La-Ti-O-N pour améliorer la cristallisation des différentes phases tout en maîtrisant leurs compositions [111].

Pour cette thèse, une grande partie de nos travaux sera donc dédiée à la réalisation de dispositifs à base de ces matériaux (chapitre III), à leur caractérisation diélectrique en basses et hautes fréquences (chapitre IV) et aussi à la conception d’antenne utilisant ces composés (Chapitre V).

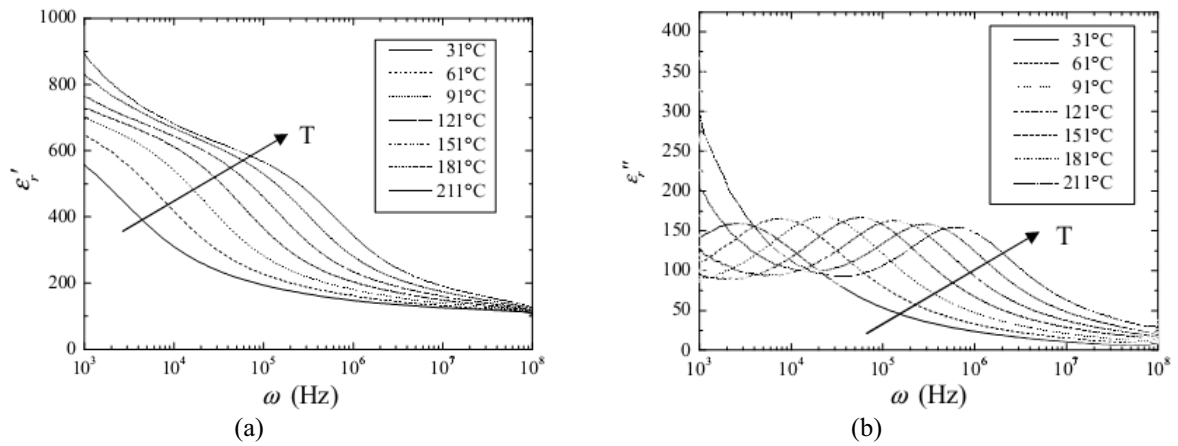
#### IV.6.1.2. Les matériaux $\text{Ba}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiO}_3$ (BST)

L’autre composé perovskite utilisé lors de cette thèse pour la réalisation d’antenne agile en fréquence est le titanate de barium et strontium (BST). Ce composé est un ferroélectrique, qui a suscité, au cours des dernières années, un vif intérêt tout d’abord, pour les mémoires dynamiques à accès aléatoire (DRAM) [112]–[116] et plus tard, pour les applications RF ou micro-ondes [117]–[121].

Afin d’obtenir les composés BST [122], les ions  $\text{Ba}^{2+}$  sont partiellement remplacés dans la structure  $\text{BaTiO}_3$  par des cations de même valence et de rayon ionique légèrement inférieur comme  $\text{Sr}^{2+}$ . Ce type de substitution donne naissance à une solution solide totale  $(\text{Ba}_{1-x}\text{Sr}_x)\text{TiO}_3$  avec une température de transition  $T_C$  variable suivant la valeur de  $x$  et aussi des propriétés diélectriques variables en fonction de la température d’utilisation. La Figure I-37 montre l’évolution, en fonction de la température, de la partie réelle et imaginaire de la permittivité pour la composition utilisée [123].

Les études des films minces de BST sont très nombreuses dans la littérature [124]–[126] et montrent une permittivité importante (de l’ordre de 300 à 600) et une tangente de pertes entre 0,02 et 0,05. Une agilité importante, jusqu’à 53 %, a été relevée sur ces composés [126].





**Figure I-37 – Evolution de la permittivité réelle et imaginaire du composé  $(\text{Ba}_{0.90}\text{Sr}_{0.10})\text{TiO}_3$  en fonction de la fréquence à différentes températures de mesure [123]**

Dans le cadre de cette thèse, les couches minces BST sont déposées par méthode chimique par l'équipe "Matériaux Fonctionnels" de laboratoire IETR de l'université de Nantes. Les détails de la réalisation du composé BST en couches minces seront donnés en Chapitre V.

## V. CONCLUSION

Ce chapitre a permis de présenter un état de l'art des différentes méthodes de conception d'antennes miniatures et reconfigurables. Nous avons décrit dans les deux premières parties les différentes techniques, classiquement utilisées, pour la miniaturisation d'antenne agile en fréquence. Les résultats de la littérature ont montré que l'intégration d'un élément actif permettait de balayer une plage fréquentielle plus ou moins importante, notamment avec les solutions de chargement par éléments discret de type capacité variable. L'utilisation de diode varactor comme capacité variable est largement décrite dans la littérature. Certains problèmes liés aux pertes introduites par les composants variables et un comportement non linéaire en fonction de la tension de commande et de la puissance RF restent à solutionner. Cette technique, combinée à l'utilisation des matériaux ferroélectriques de faibles pertes, peut être une solution intéressante susceptible de palier aux problèmes identifiés. Elle permet théoriquement d'obtenir des antennes agiles en fréquence sans dégrader leurs performances. C'est cette solution qui a été retenue pour la réalisation d'antenne reconfigurable durant ces travaux de thèse.

Enfin, les matériaux perovskites que nous utiliserons ont été brièvement présentés (La-Ti-O-N et BST). Le choix des techniques de caractérisation diélectrique des couches minces La-Ti-O-N et la réalisation des dispositifs seront présentés dans le chapitre II et III. Les résultats de ces caractérisations seront présentés dans le chapitre IV. L'incorporation des composés La-Ti-O-N et BST dans les dispositifs antennaires sera présentée dans le Chapitre V.





## REFERENCE:

- [1] H. A. Wheeler, "Fundamental Limitations of Small Antennas," *Proceedings of the IRE*, vol. 35, no. 12, pp. 1479–1484, Dec. 1947.
- [2] H. A. Wheeler, "The Radiansphere around a Small Antenna," *Proceedings of the IRE*, vol. 47, no. 8, pp. 1325–1331, Aug. 1959.
- [3] R. C. Hansen, "Fundamental limitations in antennas," *Proceedings of the IEEE*, vol. 69, no. 2, pp. 170–182, Feb. 1981.
- [4] L. J. Chu, "Physical Limitations of Omni-Directional Antennas," *Journal of Applied Physics*, vol. 19, no. 12, pp. 1163–1175, Dec. 1948.
- [5] J. S. McLean, "A re-examination of the fundamental limits on the radiation Q of electrically small antennas," *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, vol. 44, no. 5, p. 672, May 1996.
- [6] R. F. Harrington, "Effect of antenna size on gain, bandwidth, and efficiency," *Journal of research of national bureau of standards-D. Radio Propagation*, vol. 64D, pp. 1–12, Feb. 1960.
- [7] C. Balanis, *Antenna theory: analysis and design*, 3rd ed. Hoboken NJ: John Wiley, 2005.
- [8] G. A. Thiele, P. L. Detweiler, and R. P. Penno, "On the lower bound of the radiation Q for electrically small antennas," *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, vol. 51, no. 6, pp. 1263–1269, Jun. 2003.
- [9] J. L. Volakis, C.-C. Chen, and K. Fujimoto, *Small antennas: miniaturization techniques & applications*. New York: McGraw-Hill, 2010.
- [10] A. D. Yaghjian and S. R. Best, "Impedance, bandwidth, and Q of antennas," *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, vol. 53, no. 4, pp. 1298–1324, Apr. 2005.
- [11] R. B. Waterhouse, S. D. Targonski, and D. M. Kokotoff, "Design and performance of small printed antennas," *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, vol. 46, no. 11, pp. 1629–1633, Nov. 1998.
- [12] M.-C. Huynh and W. Stutzman, "Ground plane effects on planar inverted-F antenna (PIFA) performance," *Microwaves, Antennas and Propagation, IEE Proceedings*, vol. 150, no. 4, pp. 209–213, Aug. 2003.
- [13] R. Chair, K. F. Lee, and K. M. Luk, "Bandwidth and cross-polarization characteristics of quarter-wave shorted patch antennas," *Microwave and Optical Technology Letters*, vol. 22, no. 2, pp. 101–103, 1999.
- [14] K. Hirasawa and M. Haneishi, *Analysis, design, and measurement of small and low-profile antennas*. Boston: Artech House, 1992.
- [15] D. Schaubert, F. Farrar, A. Sindoris, and S. Hayes, "Microstrip antennas with frequency agility and polarization diversity," *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, vol. 29, no. 1, pp. 118–123, Jan. 1981.
- [16] Y. J. Wang, W. J. Koh, J. H. Tan, P. T. Teo, P. C. Yeo, and C. K. Lee, "A compact and broadband microstrip patch antenna," in *IEEE Radio and Wireless Conference, 2001. RAWCON 2001*, 2001, pp. 219–222.

- [17] C. R. Rowell and R. D. Murch, "A capacitively loaded PIFA for compact mobile telephone handsets," *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, vol. 45, no. 5, pp. 837–842, May 1997.
- [18] M. C. Scardelletti, G. E. Ponchak, S. Merritt, J. S. Minor, and C. A. Zorman, "Electrically small folded slot antenna utilizing capacitive loaded slot lines," in *2008 IEEE Radio and Wireless Symposium*, 2008, pp. 731–734.
- [19] C.-C. Yu and X.-C. Lin, "A Wideband Single Chip Inductor-Loaded CPW-Fed Inductive Slot Antenna," *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, vol. 56, no. 5, pp. 1498–1501, May.
- [20] R. H. Chen and Y.-C. Lin, "An inductive-loaded slot antenna using C-shaped rings for size reduction," in *2010 IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium (APSURSI)*, July, pp. 1–4.
- [21] K.-L. Wong and K.-P. Yang, "Modified planar inverted F antenna," *Electronics Letters*, vol. 34, no. 1, pp. 7–8, Jan. 1998.
- [22] H. T. Nguyen, S. Noghanian, and L. Shafai, "Microstrip patch miniaturization by slots loading," in *2005 IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium*, 2005, vol. 1B, pp. 215–218 vol. 1B.
- [23] K. M. Luk, X. Guo, K. F. Lee, and Y. L. Chow, "L-probe proximity fed U-slot patch antenna," *Electronics Letters*, vol. 34, no. 19, pp. 1806–1807, Sep. 1998.
- [24] R. Azadegan and K. Sarabandi, "A novel approach for miniaturization of slot antennas," *Antennas and Propagation, IEEE Transactions on*, vol. 51, no. 3, pp. 421–429, Mar. 2003.
- [25] K. Sarabandi and R. Azadegan, "Design of an efficient miniaturized UHF planar antenna," in *IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium, 2001*, 2001, vol. 4, pp. 446–449 vol.4.
- [26] J. George, M. Deepukumar, C. K. Aanandan, P. Mohanan, and K. G. Nair, "New compact microstrip antenna," *Electronics Letters*, vol. 32, no. 6, pp. 508–509, Mar. 1996.
- [27] J. George, C. K. Aanandan, P. Mohanan, and K. G. Nair, "Analysis of a new compact microstrip antenna," *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, vol. 46, no. 11, pp. 1712–1717, Nov. 1998.
- [28] K. M. Luk, R. Chair, and K. F. Lee, "Small rectangular patch antenna," *Electronics Letters*, vol. 34, no. 25, pp. 2366–2367, Dec. 1998.
- [29] K.-L. Wong, *Planar antennas for wireless communications*. Hoboken, NJ: J. Wiley-Interscience, 2003.
- [30] F. Merli, L. Bolomey, J. Zurcher, G. Corradini, E. Meurville, and A. K. Skrivervik, "Design, realization and measurements of a miniature antenna for implantable wireless communication systems," *Antennas and Propagation, IEEE Transactions on*, vol. 59, no. 10, pp. 3544–3555, 2011.
- [31] C. Puente, J. Romeu, R. Pous, J. Ramis, and A. Hijazo, "Small but long Koch fractal monopole," *Electronics Letters*, vol. 34, no. 1, pp. 9–10, Jan. 1998.

- [32] C. P. Baliarda, J. Romeu, and A. Cardama, "The Koch monopole: a small fractal antenna," *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, vol. 48, no. 11, pp. 1773 – 1781, Nov. 2000.
- [33] R. K. Mongia, A. Ittibipoon, and M. Cuhaci, "Low profile dielectric resonator antennas using a very high permittivity material," *Electronics Letters*, vol. 30, no. 17, pp. 1362 – 1363, Aug. 1994.
- [34] Y. Hwang, Y. P. Zhang, G. X. Zheng, and T. K. C. Lo, "Planar inverted F antenna loaded with high permittivity material," *Electronics Letters*, vol. 31, no. 20, pp. 1710 – 1712, Sep. 1995.
- [35] D. Souriou, J. L. Mattei, S. Boucher, A. Sharaiha, A. C. Tarot, A. Chevalier, and P. Queffelec, "Antenna miniaturization and nanoferrite magneto-dielectric materials," in *2010 14th International Symposium on Antenna Technology and Applied Electromagnetics the American Electromagnetics Conference (ANTEM-AMEREM)*, July, pp. 1–4.
- [36] K.-S. Min and T. V. Hong, "Miniaturization of Antenna Using Magneto-Dielectric Materials," in *Asia-Pacific Conference on Communications, 2006. APCC '06*, Aug., pp. 1–5.
- [37] J.-F. Pintos, A. Louzir, P. Minard, J. Perraudau, J. L. Mattei, D. Souriou, and P. Queffelec, "Ultra-miniature UHF antenna using magneto-dielectric material," in *2010 14th International Symposium on Antenna Technology and Applied Electromagnetics the American Electromagnetics Conference (ANTEM-AMEREM)*, July, pp. 1–4.
- [38] G. Le Fur, F. Grange, C. Delaveaud, D. Souriou, J. L. Mattei, and P. Queffelec, "Contribution on notch antenna loaded by magneto-dielectric material," in *Proceedings of the 5th European Conference on Antennas and Propagation (EuCAP)*, 2011, pp. 1849–1852.
- [39] C. Niamien, S. Collardey, A. Sharaiha, and K. Mahdjoubi, "Compact Expressions for Efficiency and Bandwidth of Patch Antennas Over Lossy Magneto-Dielectric Materials," *IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters*, vol. 10, pp. 63–66.
- [40] S. M. Rytov, "Electromagnetic properties of a finely stratified medium," *Soviet Physics*, vol. 2, pp. 466–475, 1956.
- [41] N. Altunyurt, M. Swaminathan, P. M. Raj, and V. Nair, "Antenna miniaturization using magneto-dielectric substrates," in *Electronic Components and Technology Conference, 2009. ECTC 2009. 59th*, 2009, pp. 801–808.
- [42] Y. Lee, S. Tse, Y. Hao, and C. G. Parini, "A compact microstrip antenna with improved bandwidth using Complementary Split-Ring Resonator (CSRR) loading," in *2007 IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium*, 2007, pp. 5431–5434.
- [43] E. Ebrahimi and P. S. Hall, "A dual port wide-narrowband antenna for cognitive radio," in *3rd European Conference on Antennas and Propagation, 2009. EuCAP 2009*, 2009, pp. 809–812.
- [44] Y. Zhang, B.-Z. Wang, X.-S. Yang, and W. Wu, "A fractal Hilbert microstrip antenna with reconfigurable radiation patterns," in *2005 IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium*, 2005, vol. 3A, pp. 254 – 257 vol. 3A.
- [45] S. E. Kadri, "Contribution à l'étude d'antennes miniatures reconfigurables en fréquence par association d'éléments actifs," Thèse de l'Université de Grenoble, 2011.

- [46] S. L. Loyka, "The influence of electromagnetic environment on operation of active array antennas: analysis and simulation techniques," *IEEE Antennas and Propagation Magazine*, vol. 41, no. 6, pp. 23–39, Dec.
- [47] D. E. Anagnostou and A. A. Gheethan, "A Coplanar Reconfigurable Folded Slot Antenna Without Bias Network for WLAN Applications," *IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters*, vol. 8, pp. 1057–1060, 2009.
- [48] O. Kivekäs, J. Ollikainen, and P. Vainikainen, "Frequency-tunable internal antenna for mobile phones," in *Proceedings of 12èmes Journées Internationales de Nice sur les Antennes, 12th Int'l Symposium on Antennas (JINA 2002)*, 2002, vol. 2, pp. 53–56.
- [49] V. K. Palukuru, M. Komulainen, M. Berg, H. Jantunen, and E. Salonen, "Frequency-Tunable Planar Monopole Antenna for Mobile Terminals," in *The Second European Conference on Antennas and Propagation, 2007. EuCAP 2007*, 2007, pp. 1–5.
- [50] J.-M. Laheurte, "Switchable CPW-fed slot antenna for multifrequency operation," *Electronics Letters*, vol. 37, no. 25, pp. 1498–1500, Dec. 2001.
- [51] N. Behdad and K. Sarabandi, "A varactor-tuned dual-band slot antenna," *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, vol. 54, no. 2, pp. 401–408, Feb. 2006.
- [52] M. Berg, M. Komulainen, V. Palukuru, H. Jantunen, and E. Salonen, "Frequency-tunable DVB-H antenna for mobile terminals," in *2007 IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium*, 2007, pp. 1072–1075.
- [53] B. R. Holland, R. Ramadoss, S. Pandey, and P. Agrawal, "Tunable coplanar patch antenna using varactor," *Electronics Letters*, vol. 42, no. 6, pp. 319–321, Mar. 2006.
- [54] M. C. Scardelletti, G. E. Ponchak, J. L. Jordan, N. Jastram, and J. V. Mahaffey, "Tunable reduced size planar folded slot antenna utilizing varactor diodes," in *2010 IEEE Radio and Wireless Symposium (RWS)*, 2010, pp. 547–550.
- [55] T. Korosec, P. Ritos, and M. Vidmar, "Varactor-tuned microstrip-patch antenna with frequency and polarisation agility," *Electronics Letters*, vol. 42, no. 18, pp. 1015–1016, Aug. 2006.
- [56] Cheng-Shong Hong, "Small annular slot antenna with capacitor loading," *Electronics Letters*, vol. 36, no. 2, pp. 110–111, Jan. 2000.
- [57] J.-H. Lim, G.-T. Back, Y.-I. Ko, C.-W. Song, and T.-Y. Yun, "A Reconfigurable PIFA Using a Switchable PIN-Diode and a Fine-Tuning Varactor for USPCS/WCDMA/m-WiMAX/WLAN," *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, vol. 58, no. 7, pp. 2404–2411, Jul. 2010.
- [58] Z. Liu, K. Boyle, Joonas Krogerus, M. de Jongh, K. Reimann, R. Kaunisto, and J. Ollikainen, "MEMS-Switched, Frequency-Tunable Hybrid Slot/PIFA Antenna," *IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters*, vol. 8, pp. 311–314.
- [59] P. Panaia, R. Staraj, C. Luxey, G. Kossiavas, and G. Jacquetmod, "Antenne pifa commutable à fente," *Proc. 13èmes Journées Nationales Microondes (JNM 2003)*, pp. 446–447, 2003.
- [60] J.-C. Chiao, Y. Fu, I. M. Chio, M. DeLisio, and L.-Y. Lin, "MEMS reconfigurable Vee antenna," in *Microwave Symposium Digest, 1999 IEEE MTT-S International*, vol. 4, pp. 1515–1518 vol.4.

- [61] K. F. Sabet, L. P. B. Katehi, and K. Sarabandi, "Modeling and design of mems-based reconfigurable antenna arrays," in *2003 IEEE Aerospace Conference, 2003. Proceedings*, March, vol. 2, pp. 2\_1135–2\_1141.
- [62] R. N. Simons, D. Chun, and L. P. B. Katehi, "Reconfigurable array antenna using microelectromechanical systems (MEMS) actuators," in *IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium, 2001*, 2001, vol. 3, pp. 674–677 vol.3.
- [63] C. Zhang, S. Yang, H. K. Pan, A. E. Fathy, S. El-Ghazaly, and V. Nair, "Development of reconfigurable mini-nested patches antenna for universal wireless receiver using MEMS," in *IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium 2006*, July, pp. 205–208.
- [64] L. Le Garrec, R. Sauleau, and M. Himdi, "Frequency-and polarization-agile reconfigurable antennas," in *6th Conference on Telecommunications*, 2007, pp. 49–52.
- [65] V. I. Slyusar, "Metamaterials on antenna solutions," in *International Conference on Antenna Theory and Techniques, Lviv, Ukraine*, 2009, pp. 19–24.
- [66] O. Reynet and O. Acher, "Voltage controlled metamaterial," *Applied Physics Letters*, vol. 84, no. 7, pp. 1198–1200, Feb. 2004.
- [67] C. Lin, I. O. Mirza, S. Shi, and D. W. Prather, "Tuneable Meta-Material Split-Ring Resonators for Impedance Matching Antennas for Broadband Applications," DTIC Document, 2008.
- [68] M. A. Abdalla and Z. Hu, "Compact and tunable metamaterial antenna for multi-band wireless communication applications," in *2011 IEEE International Symposium on Antennas and Propagation (APSURSI)*, 2011, pp. 1054–1057.
- [69] C. Janot and B. Ilchner, *Matériaux émergents*. Lausanne: Presses polytechniques et universitaires romandes, 2001.
- [70] S. Missaoui, M. Kaddour, and A. Gharbi, "Design and simulation reconfigurable liquid crystal patch antennas on foam substrate," *Journal of Chemical Engineering and Materials Science*, vol. 2, no. 7, pp. 96–102, 2011.
- [71] L. Liu and R. J. Langley, "Liquid crystal tunable microstrip patch antenna," *Electronics Letters*, vol. 44, no. 20, pp. 1179–1180, 2008.
- [72] A. Gaebler, A. Moessinger, F. Goelden, A. Manabe, M. Goebel, R. Follmann, D. Koether, C. Modes, A. Kipka, and M. Deckelmann, "Liquid crystal-reconfigurable antenna concepts for space applications at microwave and millimeter waves," *International Journal of Antennas and Propagation*, vol. 2009, 2009.
- [73] W. Hu, M. Y. Ismail, R. Cahill, J. A. Encinar, V. Fusco, H. S. Gamble, D. Linton, R. Dickie, N. Grant, and S. P. Rea, "Liquid-crystal-based reflectarray antenna with electronically switchable monopulse patterns," *Electronics Letters*, vol. 43, no. 14, 2007.
- [74] R. Bose and A. Sinha, "Tunable patch antenna using a liquid crystal substrate," in *IEEE Radar Conference, 2008. RADAR '08*, 2008, pp. 1–6.
- [75] D. M. Pozar and V. Sanchez, "Magnetic tuning of a microstrip antenna on a ferrite substrate," *Electronics Letters*, vol. 24, no. 12, pp. 729–731, Jun. 1988.
- [76] H. How, P. Rainville, F. Harackiewicz, and C. Vittoria, "Radiation frequencies of ferrite patch antennas," *Electronics Letters*, vol. 28, no. 15, pp. 1405–1406, Jul. 1992.



- [77] R. K. Mishra, S. S. Pattnaik, and N. Das, "Tuning of microstrip antenna on ferrite substrate," *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, vol. 41, no. 2, pp. 230 – 233, Feb. 1993.
- [78] Erwan Salahun, "Etude et réalisation de dispositifs micro-ondes agiles à commande magnétique utilisant des matériaux composites ferromagnétiques," l'Université de Bretagne Occidentale, 2002.
- [79] E. Salahun, G. Tanné, P. Quéffélec, M. Lefloc'h, A.-L. Adenot, and O. Acher, "Application of ferromagnetic composite in different planar tunable microwave devices," *Microwave and Optical Technology Letters*, vol. 30, no. 4, pp. 272–276, 2001.
- [80] G. F. Dionne, D. E. Oates, D. H. Temme, and J. A. Weiss, "Ferrite-superconductor devices for advanced microwave applications," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 44, no. 7, pp. 1361–1368, Jul.
- [81] M. W. Cole, P. C. Joshi, and M. H. Ervin, "La doped  $\text{Ba}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiO}_3$  thin films for tunable device applications," *Journal of Applied Physics*, vol. 89, no. 11, pp. 6336–6340, Jun. 2001.
- [82] K. B. Chong, L. B. Kong, L. Chen, L. Yan, C. Y. Tan, T. Yang, C. K. Ong, and T. Osipowicz, "Improvement of dielectric loss tangent of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  doped  $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{TiO}_3$  thin films for tunable microwave devices," *Journal of Applied Physics*, vol. 95, no. 3, pp. 1416–1419, Feb. 2004.
- [83] Q. Simon, V. Bouquet, W. Peng, J.-M. Le Floch, F. Houdonougbo, S. Députier, S. Weber, A. Dauscher, V. Madrangeas, D. Cros, and M. Guilloux-Viry, "Reduction of microwave dielectric losses in  $\text{KTa}_{1-x}\text{Nb}_x\text{O}_3$  thin films by MgO-doping," *Thin Solid Films*, vol. 517, no. 20, pp. 5940–5942, Aug. 2009.
- [84] M. Jain, S. B. Majumder, R. S. Katiyar, and A. S. Bhalla, "Structural and dielectric properties of heterostructured BST thin films by sol–gel technique," *Thin Solid Films*, vol. 447–448, pp. 537–541, Jan. 2004.
- [85] E. A. Nenasheva, N. F. Kartenko, I. M. Gaidamaka, O. N. Trubitsyna, S. S. Redozubov, A. I. Dedyk, and A. D. Kanareykin, "Low loss microwave ferroelectric ceramics for high power tunable devices," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 30, no. 2, pp. 395–400, Jan. 2010.
- [86] L. Tang, J. Zhai, H. Zhang, and X. Yao, "Microwave dielectric properties of tunable  $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{TiO}_3$  and scheelite  $\text{AMoO}_4$  ( $A = \text{Ba}, \text{Sr}$ ) composite ceramics," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 551, pp. 556–561, Feb. 2013.
- [87] Y. Corredores, "Etude et amélioration des performances de dispositifs hyperfréquences accordables à base de films minces ferroélectriques KTN et diélectriques BZN," Thèse soutenue à Université de Rennes 1, 2012.
- [88] G. Houzet, X. Mélique, D. Lippens, L. Burgnies, G. Velu, and J.-C. Carru, "Microtrip transmission line loaded by split-ring resonators tuned by ferroelectric thin film," *Progress In Electromagnetics Research C*, vol. 12, pp. 225–236, 2010.
- [89] V. Haridasan, P. G. Lam, Z. Feng, W. M. Fathelbab, J.-P. Maria, A. I. Kingon, and M. B. Steer, "Tunable ferroelectric microwave bandpass filters optimised for system-level integration," *IET Microwaves, Antennas Propagation*, vol. 5, no. 10, pp. 1234–1241, 2011.

- [90] S. Sheng and C. K. Ong, “Coupled microstrip line microwave phase shifter using ferroelectric thin film varactors,” *Journal of Applied Physics*, vol. 111, no. 4, pp. 044506–044506–5, 2012.
- [91] Y. Yashchyshyn and J. Modelski, “The leaky-wave antenna with ferroelectric substrate,” in *14th International Conference on Microwaves, Radar and Wireless Communications, 2002. MIKON-2002*, 2002, vol. 1, pp. 218–221 vol.1.
- [92] A. M. Castro-Vilaro and R. A. R. Solis, “Tunable folded-slot antenna with thin film ferroelectric material,” in *IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium, 2003*, 2003, vol. 2, pp. 549–552 vol.2.
- [93] S. Gevorgian, *Ferroelectrics in Microwave Devices, Circuits and Systems Physics, Modeling, Fabrication and Measurements*. London: Springer London, 2009.
- [94] E. Lourandakis, M. Schmidt, S. Seitz, and R. Weigel, “Reduced Size Frequency Agile Microwave Circuits Using Ferroelectric Thin-Film Varactors,” *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 56, no. 12, pp. 3093–3099, Dec. 2008.
- [95] J. Nath, W. M. Fathelbab, P. G. Lam, D. Ghosh, S. Aygiin, K. G. Gard, J. P. Maria, A. I. Kingon, and M. B. Steer, “Discrete barium strontium titanate (BST) thin-film interdigital varactors on alumina: design, fabrication, characterization, and applications,” in *Microwave Symposium Digest, 2006. IEEE MTT-S International*, 2006, pp. 552–555.
- [96] A. H. Cardona, “Tunable BaSrTiO<sub>3</sub> applications for the RF front end,” in *Microwave Symposium Digest (MTT), 2012 IEEE MTT-S International*, 2012, pp. 1–3.
- [97] Hai Jiang, M. Patterson, Chenhao Zhang, and G. Subramanyam, “Frequency tunable microstrip patch antenna using ferroelectric thin film varactor,” in *Aerospace & Electronics Conference (NAECON), Proceedings of the IEEE 2009 National*, 2009, pp. 248–250.
- [98] H. Jiang, M. Patterson, D. Brown, C. Zhang, K. Pan, G. Subramanyam, D. Kuhl, K. Leedy, and C. Cerny, “Miniaturized and Reconfigurable CPW Square-Ring Slot Antenna Loaded With Ferroelectric BST Thin Film Varactors,” *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, vol. 60, no. 7, pp. 3111–3119, Jul. 2012.
- [99] K. C. Pan, H. Jiang, D. Brown, C. H. Zhang, M. Patterson, and G. Subramanyam, “Frequency tuning of CPW bowtie antenna by ferroelectric BST thin film varactors,” in *Aerospace and Electronics Conference (NAECON), Proceedings of the 2011 IEEE National*, 2011, pp. 1–4.
- [100] H.-Y. Li, H.-P. Chen, S.-C. Chen, C.-H. Tai, and J.-S. Fu, “A tunable slot loop antenna using interdigitated ferroelectric varactors,” in *2012 IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium (APSURSI)*, 2012, pp. 1–2.
- [101] H. Mueller, “Properties of Rochelle Salt,” *Physical Review*, vol. 47, no. 2, pp. 175–191, Jan. 1935.
- [102] P. Domen, “Oxynitride color,” *Tokyo University*.
- [103] R. Marchand, Y. Laurent, J. Guyader, P. L’Haridon, and P. Verdier, “Nitrides and oxynitrides: Preparation, crystal chemistry and properties,” *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 8, no. 4, pp. 197–213, 1991.
- [104] S. J. Clarke, B. P. Guinot, C. W. Michie, M. J. C. Calmont, and M. J. Rosseinsky, “Oxynitride Perovskites: Synthesis and Structures of LaZrO<sub>2</sub>N, NdTiO<sub>2</sub>N, and



- LaTiO<sub>2</sub>N and Comparison with Oxide Perovskites,” *Chem. Mater.*, vol. 14, no. 1, pp. 288–294, 2001.
- [105] Z. Shao, S. Saitzek, J.-F. Blach, A. Sayede, P. Roussel, and R. Desfeux, “Structural Characterization and Photoluminescent Properties of (La<sub>1-x</sub>Sm<sub>x</sub>)<sub>2</sub>Ti<sub>2</sub>O<sub>7</sub> Solid Solutions Synthesized by a Sol-Gel Route,” *European Journal of Inorganic Chemistry*, vol. 2011, no. 24, pp. 3569–3576, Aug. 2011.
- [106] A. Kasahara, K. Nukumizu, T. Takata, J. N. Kondo, M. Hara, H. Kobayashi, and K. Domen, “LaTiO<sub>2</sub>N as a Visible-Light ( $\leq 600$  nm)-Driven Photocatalyst (2),” *J. Phys. Chem. B*, vol. 107, no. 3, pp. 791–797, 2002.
- [107] C. Le Paven-Thivet, A. Ishikawa, A. Ziani, L. Le Gendre, M. Yoshida, J. Kubota, F. Tessier, and K. Domen, “Photoelectrochemical Properties of Crystalline Perovskite Lanthanum Titanium Oxynitride Films under Visible Light,” *J. Phys. Chem. C*, vol. 113, no. 15, pp. 6156–6162, 2009.
- [108] A. Ziani, “Etude de nouveaux matériaux: Films minces perovskites oxynitrides, de la photocatalyse à la microélectronique,” Thèse soutenue à Université de Rennes 1, 2009.
- [109] Y. Lu, A. Ziani, C. Le Paven-Thivet, R. Benzerga, L. Le Gendre, D. Fasquelle, H. Kassem, F. Tessier, V. Vigneras, J.-C. Carru, and A. Sharaiha, “Perovskite oxynitride LaTiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> thin films: Dielectric characterization in low and high frequencies,” *Thin Solid Films*, vol. 520, no. 2, pp. 778–783, 2011.
- [110] D. Fasquelle, A. Ziani, C. Le Paven-Thivet, L. Le Gendre, and J. C. Carru, “High electric tunability on oxynitride perovskite LaTiO<sub>2</sub>N thin films,” *Materials Letters*, vol. 65, no. 19–20, pp. 3102–3104, Oct. 2011.
- [111] L. Yu, “Nouveaux matériaux pour antennes miniatures agiles en fréquence: synthèse et caractérisations diélectriques de films minces oxynitrides,” Thèse soutenue à Université de Rennes 1, 2012.
- [112] A. I. Kingon and S. . Streiffert, “Ferroelectric films and devices,” *Solid State & Materials Science*, no. Electronic materials, p. pp 39–44, 1999.
- [113] J. F. Scott, “High-dielectric constant thin films for dynamic random access memories (DRAM),” *Annual Review of Materials Science*, vol. 28, no. 1, pp. 79–100, Aug. 1998.
- [114] S. R. Summerfelt, “(Ba,Sr)TiO<sub>3</sub> Thin Films for Dram’s,” in *Thin Film Ferroelectric Materials and Devices*, R. Ramesh, Ed. Boston, MA: Springer US, 1997, pp. 1–42.
- [115] J. F. Scott, C. A. Paz de Araujo, and B. M. Melnick, “Loss mechanisms in fine-grained ferroelectric ceramic thin films for ULSI memories (DRAMs),” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 211–212, pp. 451–454, Sep. 1994.
- [116] G. W. Dietz, M. Schumacher, R. Waser, S. K. Streiffer, C. Basceri, and A. I. Kingon, “Leakage currents in Ba<sub>0.7</sub>Sr<sub>0.3</sub>TiO<sub>3</sub> thin films for ultrahigh-density dynamic random access memories,” *Journal of Applied Physics*, vol. 82, no. 5, pp. 2359–2364, Sep. 1997.
- [117] M. Nayak, S. Ezhilvalavan, and T. Y. Tseng, “Chapter 2 – High-Permittivity (Ba, Sr)TiO<sub>3</sub> thin films, Handbook of Thin Films,” in *Volume 3: Ferroelectric and dielectric thin films*, 2002, p. pp 99–167.
- [118] A. Outzourhit, A. Naziripour, J. U. Trefny, T. Kito, B. Yarar, R. Yandrofski, J. D. Cuchiaro, and A. M. Hermann, “A comparative study of tunable Ba<sub>1-x</sub> Sr<sub>x</sub>TiO<sub>3</sub> thin film capacitors prepared by rf-sputtering and liquid-phase deposition,” *Integrated Ferroelectrics*, vol. 9, no. 4, pp. 227–241, 1995.

- [119] W. Wersing, “Microwave ceramics for resonators and filters,” *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, vol. 1, no. 5, pp. 715–731, Oct. 1996.
- [120] Y. Boikov, Z. G. Ivanov, A. N. Kiselev, A. L. Vasiliev, E. Olsson, and T. Claeson, “Growth and properties of epitaxial ferroelectric/superconductor heterostructures,” *Microelectronic Engineering*, vol. 29, no. 1–4, pp. 129–132, Dec. 1995.
- [121] J. Lindner, F. Weiss, J.-P. Sénateur, V. Galindo, W. Haessler, M. Weihnacht, J. Santiso, and A. Figueras, “Growth of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}/\text{Ba}_x\text{Sr}_{1-x}\text{TiO}_3/\text{LaAlO}_3$  heterostructures by injection MOCVD for microwave applications,” *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 19, no. 6–7, pp. 1435–1437, Jun. 1999.
- [122] S. Liebus, “Couches minces ferroélectriques appliquées aux dispositifs microondes accordables en fréquence,” Thèse soutenue à Université de Limoges, 2003.
- [123] H. W. Gundel, R. Renoud, C. Borderon, S. Pavy, A. Sharaiha, V. H. Nguyen, R. Benzerga, and C. Delaveaud, “Ferroelectric tunability: From characterization to telecommunication application,” in *Applications of Ferroelectrics held jointly with 2012 European Conference on the Applications of Polar Dielectrics and 2012 International Symp Piezoresponse Force Microscopy and Nanoscale Phenomena in Polar Materials (ISAF/ECAPD/PFM), 2012 Intl Symp*, 2012, pp. 1–4.
- [124] M. Ouaddari, S. Delprat, F. Vidal, M. Chaker, and Ke Wu, “Microwave characterization of ferroelectric thin-film materials,” *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, vol. 53, no. 4, pp. 1390–1397, 2005.
- [125] Yu Liu, A. S. Nagra, E. G. Erker, P. Periaswamy, T. R. Taylor, J. Speck, and R. A. York, “ $\text{BaSrTiO}_3$  interdigitated capacitors for distributed phase shifter applications,” *Microwave and Guided Wave Letters, IEEE*, vol. 10, no. 11, pp. 448–450, 2000.
- [126] B. Ouagague, H. B. El-Shaarawy, S. Pacchini, S. Payan, A. Rousseau, M. Maglione, and R. Plana, “BST tunability study at DC and microwave frequencies by using IDC and MIM capacitors,” in *Microwave Conference Proceedings (APMC), 2010 Asia-Pacific*, 2010, pp. 1837–1840.



## **Chapitre II**

# **CONCEPTION DES DISPOSITIFS POUR LA CARACTERISATION DIELECTRIQUE DES MATERIAUX La-Ti-O-N**



<b>I.</b>	<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>59</b>
<b>II.</b>	<b>LES METHODES DE MESURE DES PROPRIETES DIELECTRIQUES.....</b>	<b>59</b>
II.1.	Les méthodes de cavité résonnante.....	60
II.2.	Les méthodes de ligne de transmission.....	61
II.2.1.	Ligne coaxiale.....	61
II.2.2.	Ligne microruban.....	61
II.2.3.	Ligne coplanaire .....	63
II.3.	Les méthodes capacitives .....	64
<b>III.</b>	<b>METHODES UTILISEES POUR LA CARACTERISATION</b>	
	<b>DIELECTRIQUE DES COMPOSES La-Ti-O-N.....</b>	<b>65</b>
III.1.	Méthodes de lignes coplanaires.....	65
III.1.1.	La procédure Nicholson – Ross – Weir et la technique CMM .....	65
III.1.1.1.	Les principes et la théorie analytique .....	65
III.1.1.2.	Validation de la méthode par simulation et par mesure.....	72
III.1.2.	Méthode de caractérisation multi-lignes .....	79
III.1.2.1.	Principe .....	79
III.1.2.2.	Validation et estimation de l'incertitude de la méthode multi-lignes .....	80
III.2.	Méthode de capacité MIM.....	81
III.2.1.	Modèles analytiques .....	81
III.2.1.1.	Modèle 1 - Disques imbriqués.....	81
III.2.1.2.	Modèle 2 - Patches rectangulaires.....	84
III.2.2.	Validation de la méthode par simulation .....	85
III.2.2.1.	Modèle 1.....	85
III.2.2.2.	Modèle 2.....	87
III.2.2.3.	Estimation de l'incertitude .....	88
III.3.	Mesure diélectrique en basse fréquence.....	90
<b>IV.</b>	<b>CONCLUSION.....</b>	<b>92</b>
	<b>REFERENCE .....</b>	<b>93</b>



## I. INTRODUCTION

Dans cette thèse, des nouveaux matériaux perovskites de la famille La-Ti-O-N vont être étudiés et leurs propriétés physico-chimiques et diélectriques seront présentées. Des premières mesures [1] effectuées sur le matériau oxynitride  $\text{LaTiO}_2\text{N}$ , déposé sous forme de films minces, ont montré qu'il possède une forte constante diélectrique et des pertes assez faibles. Le matériau oxyde  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  est lui considéré comme ferroélectrique [2], [3].

Dans le but de renforcer la connaissance des propriétés diélectrique des composés La-Ti-O-N et de les exploiter pour des applications en radiofréquence, des caractérisations diélectriques, en basses et hautes fréquences, ont été réalisées durant cette thèse. Dans la littérature, plusieurs méthodes de caractérisation sont proposées. Le choix des méthodes les plus appropriées à la caractérisation de nos composés, étudiées par simulation et confirmées par mesure, sera présenté dans ce chapitre avant de présenter la réalisation des dispositifs de caractérisation dans le chapitre III et les résultats de caractérisation dans le chapitre IV.

## II. LES METHODES DE MESURE DES PROPRIETES DIELECTRIQUES

La connaissance précise des propriétés diélectriques des matériaux est extrêmement importante. Elle permet non seulement de compléter les connaissances des propriétés spécifiques du matériau, mais aussi de définir ses perspectives d'application, en particulier dans le domaine des télécommunications. Dans ce volet du manuscrit, nous allons décrire succinctement les méthodes de mesure les plus utilisées pour la caractérisation diélectrique, qui sont les cavités résonnantes, les lignes de transmission, les structures capacitives et la transmission en espace libre.

Définissons, tout d'abord, les deux caractéristiques diélectriques que nous allons citer par la suite : la permittivité relative et la tangente de pertes d'un matériau.

La permittivité relative d'un matériau ( $\epsilon_r$ ), grandeur complexe, est une propriété qui détermine la réponse d'un matériau diélectrique (déplacement diélectrique  $\vec{D}$ ) à une sollicitation électrique (champ électrique  $\vec{E}$ ). Elle est donnée par :

$$\vec{D} = \epsilon_0 \epsilon_r \vec{E} \quad (2.1)$$

$$\text{Avec :} \quad \epsilon_r = \epsilon' + j \epsilon'' \quad (2.2)$$

Où :

$\epsilon_0$ , permittivité du vide =  $8,85 \cdot 10^{-12} \text{ F.m}^{-1}$  ;

$\epsilon'$ , partie réelle de la permittivité relative (appelée aussi constante diélectrique) ;

$\epsilon''$ , partie imaginaire de la permittivité relative.



Les pertes diélectriques du matériau, quant à eux, sont quantifiées par la tangente de pertes comme suit :

$$\tan\delta = \varepsilon'' / \varepsilon' \quad (2.3)$$

## II.1. Les méthodes de cavité résonnante

Les méthodes de cavité résonnante sont largement utilisées pour la mesure de la permittivité diélectrique complexe des matériaux à faibles pertes. Elles sont basées sur la méthode de perturbation [4], [5], où les caractéristiques électromagnétiques d'une cavité rectangulaire ou cylindrique sont mesurées par méthode différentielle : d'abord à vide puis partiellement chargée avec le matériau à tester.

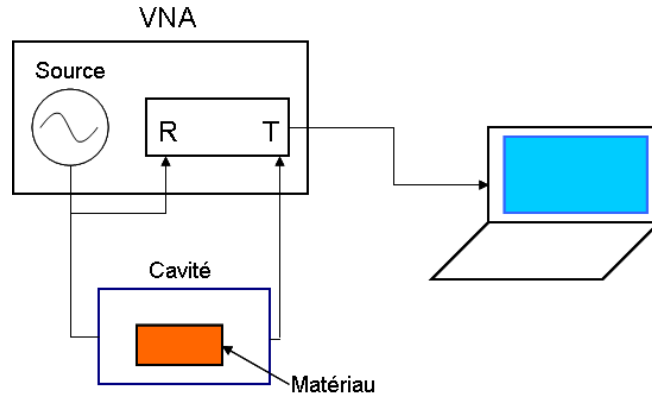


Figure II-1- Schéma de la méthode utilisant une cavité résonnante

Selon la théorie de la méthode des perturbations, la constante diélectrique et les pertes d'un échantillon à caractériser sont déterminées à partir des formules suivantes [4] :

$$\varepsilon' = 1 + A^{-1} \frac{V_c}{V_s} \frac{\Delta f}{f_0} \quad \text{et} \quad \tan\delta = B^{-1} \frac{V_c}{V_s} \left( \frac{1}{Q_1} - \frac{1}{Q_0} \right) \quad (2.4)$$

où  $f_0$  et  $Q_0$  sont la fréquence de résonance et le facteur de qualité de la cavité à vide,  $f_1$  et  $Q_1$  sont celles de la cavité remplie avec l'échantillon,  $\Delta f = f_0 - f_1$ ,  $V_c$  est le volume de la cavité,  $V_s$  est le volume de l'échantillon, A et B sont des constantes qui peuvent être soit calculées analytiquement pour un matériau à faibles pertes placé dans une cavité rectangulaire, soit déterminées avec le calibrage du dispositif expérimental.

Notons que l'équation (2.4) est valide si les trois hypothèses principales suivantes sont satisfaites :

- L'échantillon diélectrique n'affecte pas la distribution générale du champ électromagnétique (EM) dans la cavité ;
- Les pertes métalliques des parois n'influencent pas les pertes résultantes dans la cavité ;
- $Q_0$  et  $Q_1$  sont mesurés à la même fréquence.

La méthode des perturbations est particulièrement appropriée aux matériaux à faibles pertes. L'inconvénient majeur de cette technique est que la mesure est effectuée à une seule fréquence.

## II.2. Les méthodes de ligne de transmission

Les méthodes de ligne de transmission (ou réflexion/transmission) sont des techniques de caractérisation couramment utilisées dans la gamme de fréquences micro-ondes. Elles appartiennent au groupe de méthodes non-résonantes de mesure de la permittivité complexe. Les lignes de transmission les plus souvent utilisées comme cellules de mesure sont les lignes coaxiales [6]–[8], les lignes microrubans [9], [10] et les lignes coplanaires [11]–[15]. Ces techniques fournissent les caractéristiques diélectriques du matériau dans une large bande de fréquence et sont appropriées aux mesures par microsonde.

### II.2.1. Ligne coaxiale

La mesure de la permittivité relative et des pertes des matériaux en large bande peut être réalisée en utilisant des lignes de transmission coaxiale en mode TEM [6], [16]. Pour cette méthode, l'échantillon est usiné en forme torique (Figure II-2) et placé dans une section de ligne coaxiale. L'épaisseur de l'échantillon doit être d'un quart d'onde. Les paramètres de dispersion sont mesurés et reliés à la permittivité et à la perméabilité relatives par des équations analytiques [16], [17].

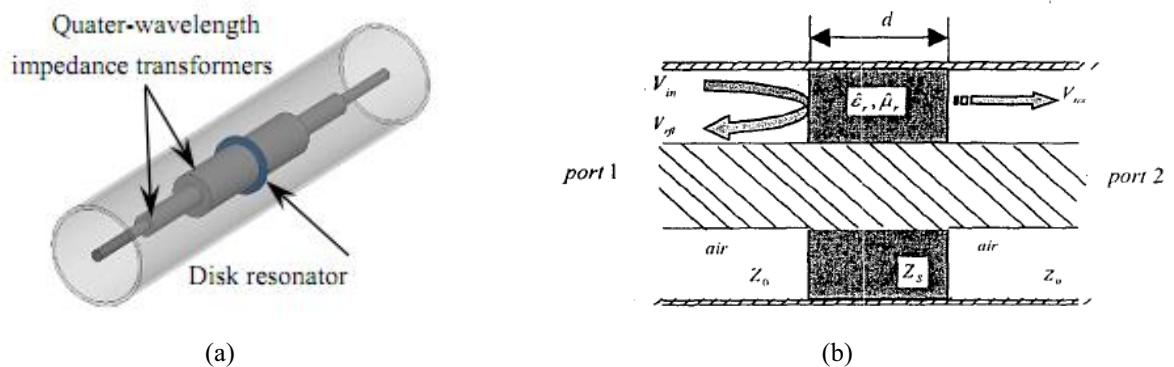


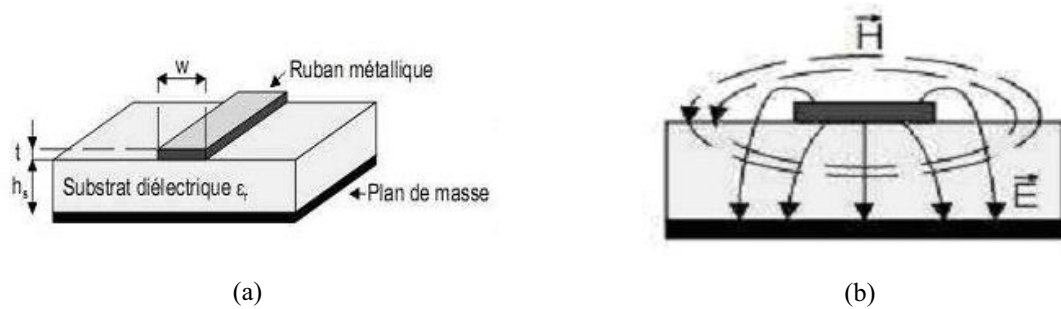
Figure II-2 - Structure coaxiale avec l'insertion de l'échantillon (a) et vue sur la tranche (b)[16]

Cette méthode donne des résultats assez précis et elle est plutôt appropriée aux matériaux à pertes. Par contre, c'est une méthode destructive et elle exige des dimensions bien précises de l'échantillon qui doit remplir parfaitement la section transversale de la ligne coaxiale.

### II.2.2. Ligne microruban

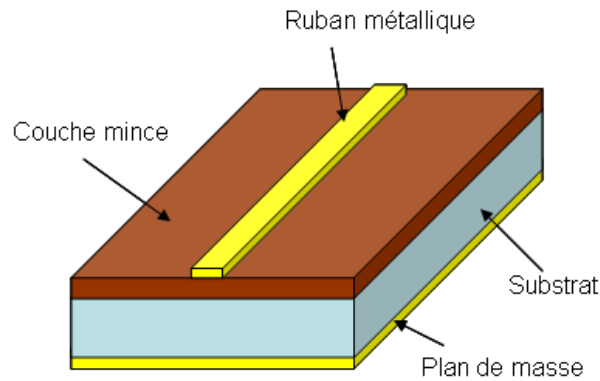
Les lignes microrubans ont été largement utilisées dans les circuits micro-ondes en raison de leur facilité de fabrication et de leur utilisation en large bande. Le principe de la méthode est basé sur la mesure de la permittivité effective de la ligne de transmission qui

dépend fortement de la permittivité relative de la région en-dessous de la ligne, donc du substrat diélectrique [18] (Figure II-3).



**Figure II-3 - Configuration (a) et lignes de champ (b) de la ligne microruban [18]**

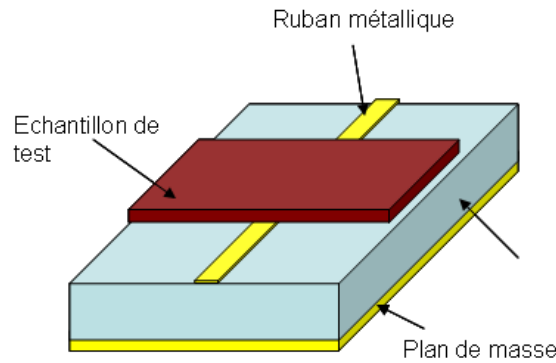
Dans le cas d'échantillons diélectriques en couches minces, la structure caractérisée est multicouche : ligne de transmission sur couche mince diélectrique (à caractériser) sur substrat diélectrique (connu), (Figure II-4).



**Figure II-4 - Méthode de ligne microruban destructive**

La constante de propagation de la structure est déterminée en utilisant la méthode de calibrage multi-lignes [19]. A partir de la constante de propagation et de l'impédance caractéristique, la capacité et la conductance équivalente de la structure peuvent être déterminées. Elles permettent par la suite de calculer la constante diélectrique effective de la structure, puis la constante diélectrique intrinsèque de la couche mince diélectrique. Cette méthode est dite destructive car elle nécessite le dépôt de la ligne de transmission directement sur la couche diélectrique à caractériser [10].

La méthode de mesure par ligne microruban peut être non-destructive, comme présenté dans [9]. Pour cette méthode, la ligne microruban repose sur un autre substrat, qui vient en contact de la couche mince diélectrique pour la caractérisation. Pour cette méthode, deux mesures sont nécessaires, tout d'abord, une mesure à vide : où la ligne vient en contact direct avec le substrat, puis une mesure chargée : où la ligne vient en contact avec la couche mince qui repose sur un même substrat que celui utilisé pour la mesure à vide (Figure II-5).

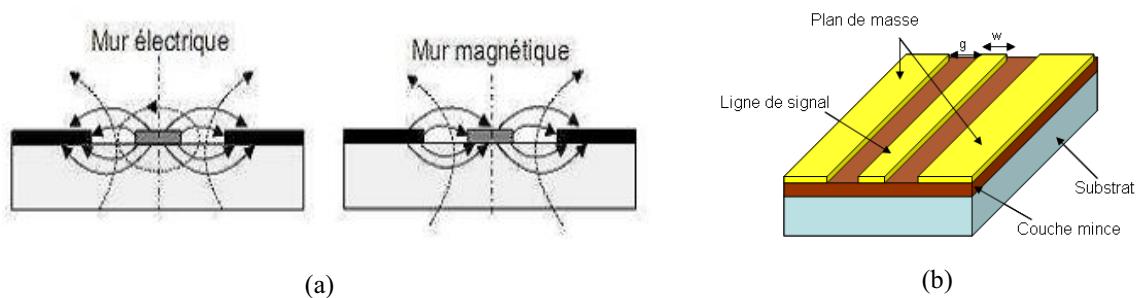


**Figure II-5 - Ligne microruban chargé avec l'échantillon**

Cette méthode peut permettre une mesure large bande de la permittivité et de la perméabilité complexes de matériaux massifs et isotropes. Les échantillons sont rectangulaires et leurs dimensions précisément connues. Les paramètres  $S$  de cette ligne sont mesurés en utilisant un analyseur de réseau vectoriel, et analysés en associant un programme d'optimisation (problème inverse) détaillé dans [9]. Ce problème inverse est résolu en utilisant un processus numérique basé sur la méthode de Raphson-Newton.

### II.2.3. Ligne coplanaire

Les lignes coplanaires (CPW, Coplanar WaveGuide) ont été très utilisées ces dernières années grâce à leur facilité de connexion aux circuits externes ou aux sondes de mesure sous pointes. De plus, leur utilisation dans les circuits monolithiques, jusqu'aux fréquences millimétriques, offre une dispersion du signal relativement basse. Plusieurs utilisations de ce type de ligne de transmission pour la caractérisation diélectrique sont publiées dans la littérature, ces méthodes peuvent être destructives [7], [11], [12], ou non-destructives [13]–[15].



**Figure II-6 -(a) Lignes des champs d'une ligne coplanaire sur un matériau diélectrique et (b) ligne coplanaire sur structure multicouche [18]**

Comme pour les méthodes utilisant des lignes microruban, les méthodes basées sur les lignes coplanaires peuvent utiliser un échantillon du matériau à caractériser placé sur la ligne pour des mesures non-destructives. Le matériau ici peut être sous forme massive ou sous forme de couche mince déposée sur un substrat. Sinon, et dans le cas des mesure destructives, l'échantillon est une structure en multicouche qui se compose du substrat, sur lequel est déposée la couche mince à caractériser, et sur laquelle est déposée la ligne coplanaire (Figure

II-6). Ces méthodes sont basées sur un traitement facile et rapide des mesures des paramètres  $S$  de la ligne coplanaire, en tenant en compte du fait que la propagation est en mode quasi-TEM. Des relations analytiques permettent de calculer la constante de propagation et l'impédance caractéristique de la ligne.

Des méthodes de ligne coplanaire destructives seront étudiées et utilisées dans cette thèse, elles seront détaillées dans la section suivante.

### II.3. Les méthodes capacitives

Les méthodes capacitives permettent de mesurer les propriétés électromagnétiques en plaçant le matériau à caractériser dans une cellule de mesure d'une structure condensateur. A partir de cette structure, nous pouvons mesurer l'impédance  $Z$  ou l'admittance  $Y$ , et par la suite en déduire la constante diélectrique du matériau en utilisant un circuit équivalent d'éléments localisés représentatif de la cellule de mesure. Ces méthodes sont utilisables à basse fréquence (du kilohertz au mégahertz [20], [21]), et aussi à haute fréquence (du gigahertz [22], [23] à la dizaine du gigahertz [24], [25]). Ces méthodes sont adaptées à la caractérisation de couches minces en structure MIM (Figure II-7a) ou en structure coplanaire (Figure II-8, sur substrat isolant).

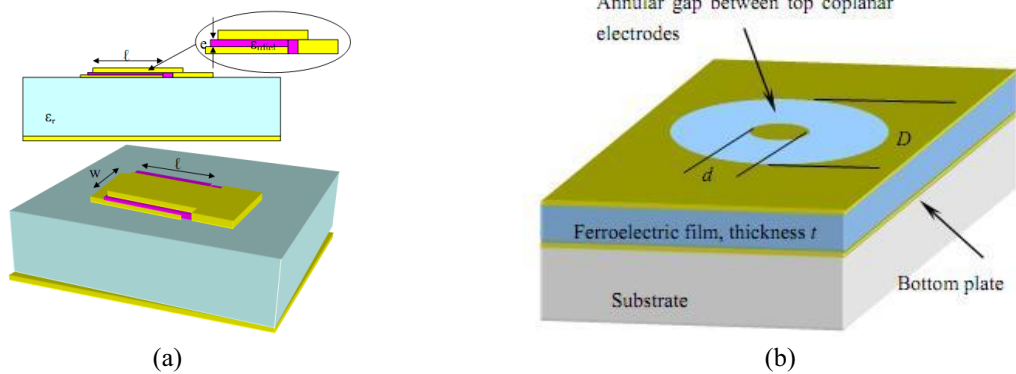


Figure II-7 - Structure capacitive (a) MIM (b) Patch coplanaire

Un autre exemple de ces méthodes est celui de la capacité interdigitée coplanaire (IDC) [26]–[28], où le conducteur central de la ligne se présente sous forme de doigts interdigités pour la caractérisation (Figure II-8).

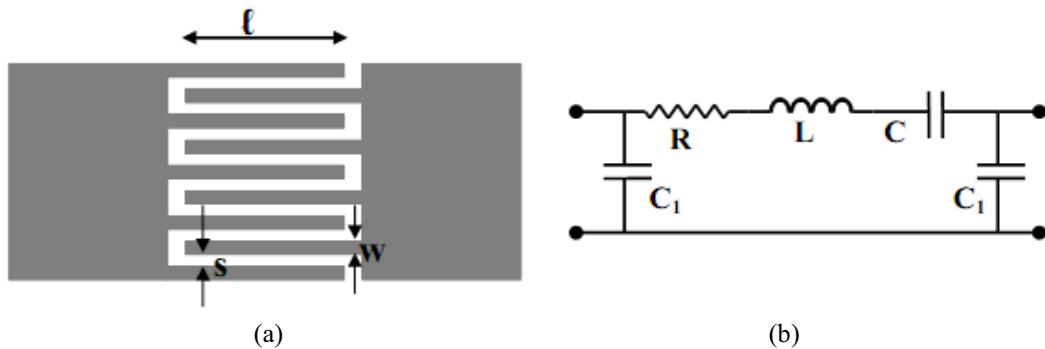


Figure II-8 - Capacité interdigitée (a) et son circuit équivalent (b)

La méthode IDC est appropriée pour la bande de fréquence jusqu'à quelques gigahertz. L'application de cette méthode en hautes fréquences est limitée par la fréquence de résonance propre du dispositif qui est associée à l'inductance parasite des doigts.

Des méthodes capacitives seront étudiées et utilisées dans ces travaux de thèse. Elles seront détaillées dans la partie suivante.

### **III. METHODES UTILISEES POUR LA CARACTERISATION DIELECTRIQUE DES COMPOSES La-Ti-O-N**

Le choix de la méthode de caractérisation diélectrique à utiliser dépend de plusieurs paramètres tels que la mise en forme du matériau à tester, de la gamme de fréquence à étudier, de l'équipement disponible, de la nature physique et électrique du matériau et aussi du niveau de précision exigé. Dans le cadre de cette thèse, nous étudierons des couches minces diélectriques, qui possèdent des fortes permittivités et de pertes assez faibles. Ces couches minces ont des épaisseurs de l'ordre de la centaine de nanomètre à 1 micromètre, déposées sur un substrat diélectrique. La caractérisation s'effectuera sous pointes pour une large gamme de fréquence. Après avoir tenu compte de tous ces paramètres, les méthodes de lignes coplanaires et la structure condensateur apparaissent les plus appropriées pour la caractérisation des couches minces La-Ti-O-N.

#### **III.1. Méthodes de lignes coplanaires**

Une ligne CPW (Coplanar Wave Guide) est déposée sur un échantillon diélectrique, puis caractérisée. Nous détaillerons dans la suite deux méthodes possibles pour extraire la permittivité relative et les pertes du matériau, qui sont la méthode Nicholson – Ross – Weir et la méthode multi-lignes. Nous détaillerons ensuite la méthode de transformation conforme "*Conformal Mapping Method*" (CMM) qui permet de calculer les caractéristiques intrinsèques de la couche mince diélectrique à partir de la permittivité effective de la structure multicouche (ligne + couche + substrat) utilisée.

##### **III.1.1. La procédure Nicholson – Ross – Weir et la technique CMM**

La méthode Nicholson-Ross-Weir (NRW) est basée sur l'inversion des formules de Fresnel-Airy [29], qui expriment les coefficients normaux de réflexion  $S_{11}$  et de transmission  $S_{21}$  à partir de l'impédance d'onde d'une couche d'un matériau donné et de son indice de réfraction. Nicholson et Ross [17] et Weir [30] ont combiné les équations de  $S_{11}$  et  $S_{21}$  et ont développé des formules pour l'extraction de la permittivité et de la perméabilité relatives.

###### *III.1.1.1. Les principes et la théorie analytique*

###### **1) Principe des guides d'ondes**

Nicolson et Ross [17] ont utilisé un disque annulaire d'un matériau de perméabilité  $\mu = \mu_0 \mu_r$ , de permittivité  $\varepsilon = \varepsilon_0 \varepsilon_r$  et d'épaisseur  $l$ , placé dans une ligne coaxiale

avec une impédance caractéristique  $Z_0$ . La ligne possède donc trois tronçons  $Z_0 - Z - Z_0$

(Figure II-9) avec

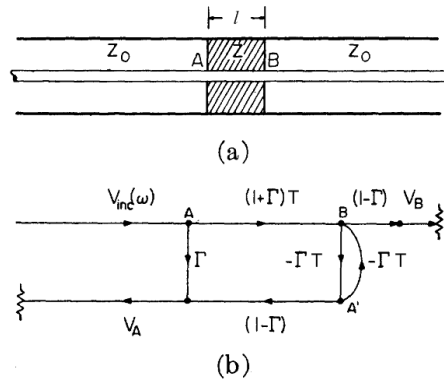
$$Z = \sqrt{\frac{\mu_r}{\epsilon_r}} Z_0 \quad (2.5)$$


Figure II-9 - a) une ligne coaxiale avec un disque de matériau. b) Graphe de flot de signal pour a)

La procédure de Nicolson-Ross-Weir est expliquée dans la Figure II-10.

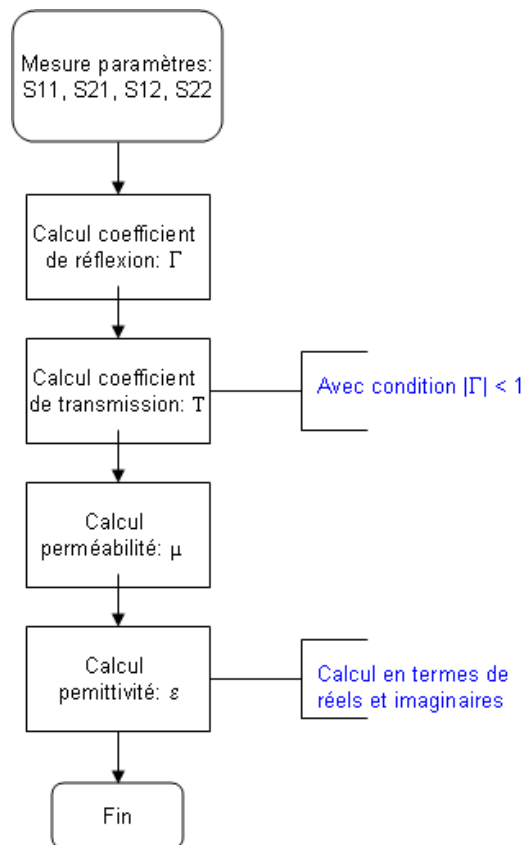


Figure II-10 - La procédure de Nicholson-Ross-Weir

Le coefficient de réflexion de l'onde incidente à l'interface des deux tronçons d'impédances différentes est donné par :

$$\Gamma = \frac{Z - Z_0}{Z + Z_0} = \frac{\sqrt{\mu_r / \epsilon_r} - 1}{\sqrt{\mu_r / \epsilon_r} + 1} \quad (2.6)$$

Le coefficient de transmission  $T$  entre A et B est donné par :

$$T = e^{(-\gamma l)} = e^{-(\alpha + j\beta)l} \quad (2.7)$$

Avec :

$$\gamma = j \frac{2\pi}{\lambda_0} \sqrt{\epsilon_r \mu_r - \left( \frac{\lambda_0}{\lambda_c} \right)^2} \quad (2.8)$$

$$\gamma_0 = j \frac{2\pi}{\lambda_0} \sqrt{1 - \left( \frac{\lambda_0}{\lambda_c} \right)^2} \quad (2.9)$$

$$\lambda_g = \frac{c}{F \left\{ 1 - \left( \frac{F_c}{F} \right)^2 \right\}^{1/2}} = \frac{c}{\sqrt{F^2 - F_c^2}} = \frac{1}{\sqrt{\frac{1}{\lambda^2} - \frac{1}{\lambda_c^2}}} = \frac{1}{\sqrt{\frac{\mu_r \epsilon_r}{\lambda_o^2} - \frac{1}{\lambda_c^2}}} \quad (2.10)$$

$$\lambda_{og} = \frac{1}{\sqrt{\frac{1}{\lambda_o^2} - \frac{1}{\lambda_c^2}}} \quad (2.11)$$

Où :

$c$ , vitesse de la lumière dans le vide ;

$F$ , fréquence opérationnelle ;

$F_c$ , fréquence de coupure dans le mode TE ;

$\lambda_0$ , longueur d'onde dans l'espace libre ;

$\lambda_c$ , longueur d'onde de coupure d'une section de la ligne de transmission

( $\lambda_c = \infty$  pour une ligne en mode TEM) ;

$\gamma_0$  et  $\gamma$ , constantes de propagation du guide d'onde vide et rempli par le matériau ;

$\lambda_{og}$  et  $\lambda_g$ , longueur d'onde dans un guide d'onde vide et rempli par le matériau.

Les paramètres  $S_{21}$  et  $S_{11}$  peuvent être obtenus à partir du diagramme de la Figure II-9. Un signal incident d'amplitude normalisée arrive au plan B avec l'amplitude  $(1+\Gamma)T$ . Une partie de ce signal est transmise (amplitude =  $(1+\Gamma)T(1-\Gamma)$ ), l'autre partie est réfléchiée vers le plan A, avec le coefficient  $(-\Gamma T)$  et est réfléchiée encore une fois sur le plan A. Cette onde, au plan



B, est transmise partiellement vers la 3<sup>e</sup> section et partiellement réfléchi vers le plan A et ainsi de suite.

Donc :

$$S_{21} = \frac{V_B}{V_{inc}} = (1 + \Gamma)T(1 - \Gamma).(1 + \Gamma^2 T^2 + \Gamma^4 T^4 + \dots) = \frac{(1 + \Gamma)(1 - \Gamma)T}{1 - \Gamma^2 T^2} = \frac{(1 - \Gamma^2)T}{1 - \Gamma^2 T^2} \quad (2.12)$$

$$S_{11} = \frac{V_A}{V_{inc}} = \Gamma + (1 + \Gamma)T(-\Gamma T)(1 - \Gamma)(1 + \Gamma^2 T^2 + \Gamma^4 T^4 + \dots) = \frac{(1 - T^2)\Gamma}{1 - \Gamma^2 T^2} \quad (2.13)$$

Si on appelle :

$$\begin{aligned} V_1 &= S_{21} + S_{11} \\ V_2 &= S_{21} - S_{11} \end{aligned} \quad (2.14)$$

Donc :

$$\begin{aligned} V_1 &= \frac{T + \Gamma}{1 + T\Gamma} \\ V_2 &= \frac{T - \Gamma}{1 + T\Gamma} \end{aligned} \quad (2.15)$$

$$\text{Et } X = \frac{1 - V_1 V_2}{V_1 - V_2} \quad \text{Où : } X = \frac{S_{11}^2 - S_{21}^2 + 1}{2S_{11}} \quad (2.16)$$

Le coefficient de réflexion  $\Gamma$  pour une ligne de transmission de longueur  $l$  peut être calculé comme :

$$\Gamma = X \pm \sqrt{X^2 - 1} \quad \text{avec la condition } |\Gamma| < 1 \quad (2.17)$$

Le coefficient de transmission  $T$  est calculé à partir des paramètres  $S_{11}$  et  $S_{21}$  :

$$T = \frac{S_{11} + S_{21} - \Gamma}{1 - (S_{11} + S_{21})\Gamma} \quad (2.18)$$

La permittivité et la perméabilité relatives peuvent être déterminées à partir de  $\Gamma$  et  $T$ .

Comme  $\Lambda = j \frac{\gamma}{2\pi}$ , une expression de  $\Lambda$  en fonction de  $T$  est obtenue :

$$\frac{1}{\Lambda} = \frac{j}{2\pi l} \ln\left(\frac{1}{T}\right) \quad (2.19)$$

$$(2.8) \Rightarrow \frac{1}{\Lambda^2} = \frac{(\epsilon_r \mu_r)}{\lambda_0^2} - \frac{1}{\lambda_c^2} = -\left[\frac{1}{2\pi l} \ln\left(\frac{1}{T}\right)\right]^2 \quad (2.20)$$

Et on définit à partir de (2.6) :

$$\frac{\mu_r}{\varepsilon_r} = \left( \frac{1+\Gamma}{1-\Gamma} \right)^2 = c_1 \quad (2.21)$$

De (2.19), (2.20) :

$$\varepsilon_r \mu_r = c_2 = \frac{1}{\Lambda^2} \frac{1}{\left( \frac{1}{\lambda_o^2} - \frac{1}{\lambda_c^2} \right)} \quad (2.22)$$

Donc :

$$\mu_r = \sqrt{c_1 c_2} = \frac{1+\Gamma}{\Lambda(1-\Gamma) \sqrt{\frac{1}{\lambda_o^2} - \frac{1}{\lambda_c^2}}} \quad (2.23)$$

$$\varepsilon_r = \sqrt{\frac{c_2}{c_1}} = \frac{\lambda_o^2}{\mu_r} \left[ \frac{1}{\lambda_c^2} - \left( \frac{1}{2\pi l} \ln\left(\frac{1}{T}\right) \right)^2 \right] \quad (2.24)$$

Cette méthode convient parfaitement à la gamme de fréquences éloignée de la résonance du mode TEM ou quand la longueur de l'échantillon n'est pas un multiple de la moitié de longueur d'onde effective dans le matériau. Autour de ces fréquences, le paramètre  $S_{11}$  devient très faible, ce conduit à une divergence de  $X$ , et donc de  $\Gamma$ . Pour résoudre cette ambiguïté, plusieurs solutions ont été proposées dans [8], [30], [31].

**Solution 1** : Dans la procédure NRW, (2.23) et (2.24) ont un nombre infini de solutions car la partie imaginaire de  $\ln(1/T)$  est égale à  $j(\theta + 2\pi n)$  où  $n$  correspond à  $\frac{l}{\lambda_g} (0, \pm 1, \pm 2, \dots)$ .

Pour résoudre ce problème, Weir [30] a proposé une méthode pour calculer le 'Group delay'. Ce temps 'Group delay' peut être obtenu par deux façons.

Il est calculé par la formule :

$$\tau_{cal} = l \frac{d}{df} \sqrt{\frac{\varepsilon_r \mu_r f^2}{c^2} - \frac{1}{\lambda_c^2}} = \frac{1}{c^2} l \frac{f \varepsilon_r \mu_r + f^2 \frac{1}{2} \frac{d(\varepsilon_r \mu_r)}{df}}{\sqrt{\frac{\varepsilon_r \mu_r f^2}{c^2} - \frac{1}{\lambda_c^2}}} \quad (2.25)$$

Ou bien, à partir de la mesure sous VNA, nous pouvons obtenir :

$$\tau_{measure} = -\frac{1}{2\pi} \frac{d\phi}{df} \quad (2.26)$$

Où  $\phi$  est la phase du coefficient de transmission  $T$  [30].

Donc, la solution est correcte quand  $n = k$ , avec lequel :

$$\tau_{cal-k} - \tau_{mesure} \approx 0 \quad (2.27)$$

**Solution 2 :** Pour des matériaux diélectriques ou des matériaux pour lesquels la valeur de la permittivité et de la perméabilité relatives peuvent être estimées, les valeurs de  $n$  peuvent aussi être calculées en estimant  $\lambda_g$  à partir des valeurs devinées (exposant<sup>\*</sup>) de  $\varepsilon_r^*$  et  $\mu_r^*$  :

$$\gamma = j \frac{2\pi}{\lambda_0} \sqrt{\varepsilon_r^* \mu_r^* - \left(\frac{\lambda_0}{\lambda_c}\right)^2} \quad (2.28)$$

$$\frac{1}{\Lambda} = j \left( \frac{\gamma}{2\pi} \right) \quad (2.29)$$

$$\text{Re} \left[ \frac{1}{\Lambda} \right] = \frac{1}{\lambda_g} \quad (2.30)$$

Lorsque la valeur de  $n$  est déterminée, nous pouvons en conséquence obtenir les valeurs de  $\varepsilon_r$  et  $\mu_r$ .

**Solution 3 :** Broughriet et al. [31] ont proposé une méthode non-itérative pour des matériaux purement diélectriques où  $\mu_r$  est égale à 1.

$$(2.23) \Rightarrow \frac{1}{\Lambda} = \mu_r \frac{(1-\Gamma)}{(1+\Gamma)} \sqrt{\frac{1}{\lambda_0^2} - \frac{1}{\lambda_c^2}} \quad (2.31)$$

$$\Rightarrow \frac{1}{\Lambda^2} = \mu_r^2 \frac{(1-\Gamma)^2}{(1+\Gamma)^2} \left( \frac{1}{\lambda_0^2} - \frac{1}{\lambda_c^2} \right) = \left( \frac{\varepsilon_r \mu_r}{\lambda_0^2} - \frac{1}{\lambda_c^2} \right) \quad (2.32)$$

Du coup :

$$\varepsilon_r = \mu_r \frac{(1-\Gamma)^2}{(1+\Gamma)^2} \left( 1 - \frac{\lambda_0^2}{\lambda_c^2} \right) + \frac{\lambda_0^2}{\lambda_c^2} \frac{1}{\mu_r} \quad (2.33)$$

En plus pour la ligne de transmission en mode TEM,  $\lambda_c = \infty$  :

$$(2.24) \Rightarrow \varepsilon_r = -\lambda_0^2 \left( \frac{1}{2\pi l} \ln\left(\frac{1}{T}\right) \right)^2 \quad (2.34)$$

On rappelle que :

$$\varepsilon_r = \varepsilon' - j\varepsilon'' \text{ et } \tan \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \quad (2.35)$$

## 2) Application de la technique CMM

En pratique, l'échantillon diélectrique étant formé d'une couche mince déposée sur un substrat, ce qu'on détermine par la procédure NRW sont la constante diélectrique effective et les pertes effectives de la structure multicouche 'ligne + couche mince + substrat'. Les propriétés diélectriques intrinsèques de la couche mince peuvent être calculées en utilisant la méthode de transformation conforme "*Conformal Mapping Method*" (CMM) proposée par E. Carlsson et S. Gevorgian [32].

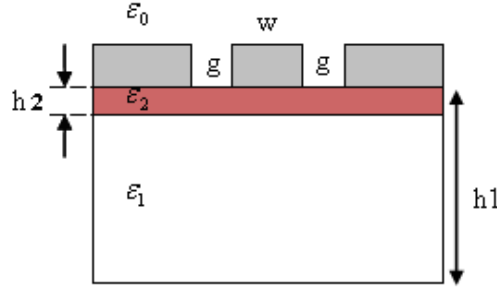


Figure II-11 - Une ligne CPW sur un substrat multicouche

Selon le travail de E. Carlsson, la permittivité effective d'une ligne CPW est déterminée par :

$$\epsilon_{eff} = 1 + q_1(\epsilon_1 - 1) + q_2(\epsilon_2 - \epsilon_1) \quad (2.36)$$

Où :

$\epsilon_1$ , permittivité relative du substrat ;

$\epsilon_2$ , permittivité relative de la couche mince ;

$q_1$  et  $q_2$ , facteurs de forme associés respectivement au substrat et au film diélectrique.

Avec

$$q_i = \frac{1}{2} \frac{K(k_i)}{K(k'_i)} \frac{K(k'_0)}{K(k_0)} \quad i = 1, 2 \quad (2.37)$$

$K(k_i)$  est l'intégrale elliptique de première espèce, et les modules de l'intégrale elliptique sont déterminés par :

$$k_0 = \frac{w}{w + g} \quad (2.38)$$

$$k_i = \frac{\sinh(\frac{\pi w}{2h_i})}{\sinh(\frac{\pi(w+g)}{2h_i})} \quad i = 1, 2 \quad (2.39)$$

Avec :

$$k'_i = \sqrt{1 - k_i^2} \quad (2.40)$$

La valeur de  $K(k)/K(k')$  peut être obtenue approximativement par :

$$\frac{K(k)}{K(k')} = \begin{cases} \frac{1}{\pi} \ln \left[ \frac{2(1+\sqrt{k})}{(1-\sqrt{k})} \right] & \frac{1}{\sqrt{2}} < k < 1 \\ \frac{\pi}{\ln \left[ \frac{2(1+\sqrt{k'})}{(1-\sqrt{k'})} \right]} & 0 \leq k \leq \frac{1}{\sqrt{2}} \end{cases} \quad (2.41)$$

A partir de la valeur de la permittivité effective, et en utilisant la procédure NRW ainsi que des méthodes complémentaires, la valeur de la constante diélectrique de la couche mince peut être obtenue :

$$\varepsilon_2 = \frac{[\varepsilon_{eff} - 1 - q_1(\varepsilon_1 - 1) + q_2\varepsilon_1]}{q_2} \quad (2.42)$$

### 3) Tangente de pertes

À partir de la procédure NRW, la tangente de pertes effective de l'échantillon multicouche est obtenue. En utilisant la technique CMM, la valeur de la constante diélectrique de la couche mince peut être extraite. La tangente de pertes, quant à elle, est déterminée par la formule suivante [33] :

$$\tan \delta_e = t_1 \tan \delta_1 + t_2 \tan \delta_2 \quad (2.43)$$

Où  $t_1$  et  $t_2$  sont les taux d'inclusions (inclusion rates), qui sont reliés aux facteurs de forme associées  $q_i$  par :

$$t_1 = \frac{\varepsilon_1(q_1 - q_2)}{\varepsilon_{eff}} \quad (2.44)$$

$$t_2 = \frac{\varepsilon_2 q_2}{\varepsilon_{eff}}$$

#### III.1.1.2. Validation de la méthode par simulation et par mesure

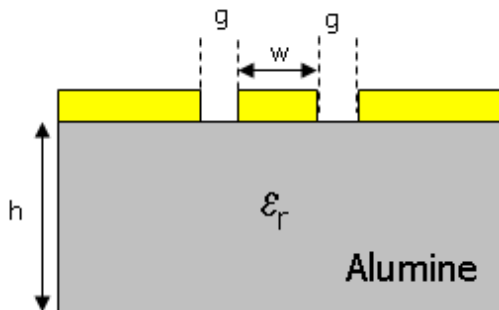
Dans cette partie du chapitre nous allons essayer de valider l'extraction des propriétés diélectriques par la méthode Nicholson – Ross – Weir couplée à la méthode de transformation conforme. La simulation ainsi que la mesure d'un substrat connu sont tout d'abord confrontées. Par la suite, la simulation d'un échantillon multicouche (couche mince + substrat connu) est réalisée. L'extraction des propriétés intrinsèques de la couche mince par la méthode NRW – CMM sera comparée aux propriétés de cette couche utilisées lors de la simulation.

### 1) Ligne CPW sur substrat nu

Dans la suite de ce chapitre, nous noterons les constantes diélectriques ( $\epsilon'$ ), extraites par simulation ou par mesure, par la notation générique  $\epsilon_r$ .

#### a) Simulation

Le but de ces simulations est de valider et aussi évaluer la précision de la méthode NRW pour la caractérisation diélectrique. Une ligne CPW de 50 Ohm reposant sur un substrat de propriétés diélectriques connues (alumine) a été simulée. Ses propriétés diélectriques seront retrouvées en appliquant la méthode NRW sur les résultats de la simulation.



(a)

Modèle de la ligne :

#### Ligne CPW

Largeur de ligne  $w = 0,36$  mm

Gap  $g = 0,14$  mm

Longueur de la ligne : 1,65 mm

#### Substrat d'alumine

Permittivité relative du substrat :  $\epsilon_r = 9,8$

Pertes du substrat :  $\tan\delta = 0,02$

Epaisseur du substrat = 0,7 mm

Epaisseur du métal = 5  $\mu\text{m}$

(b)

Figure II-12 – a) Modèle de ligne CPW simple sur substrat d'alumine et b) ses paramètres

La ligne est simulée à l'aide des logiciels commerciaux CST Microwave studio et Ansoft HFSS.

#### b) Mesure

Une ligne identique à celle utilisée pour la simulation a été réalisée expérimentalement sur un substrat d'alumine de  $\epsilon_r = 9,8$ ,  $\tan\delta = 0,02$  et d'épaisseur 0,7 mm.

Détail de la ligne CPW réalisé sur le substrat d'alumine :

- Largeur de la ligne centrale  $w \sim 0,35$  à 0,36 mm
- Distance entre la ligne centrale et la masse (gap)  $g \sim 0,14 - 0,16$  mm
- Epaisseur de la ligne  $\sim 5$   $\mu\text{m}$

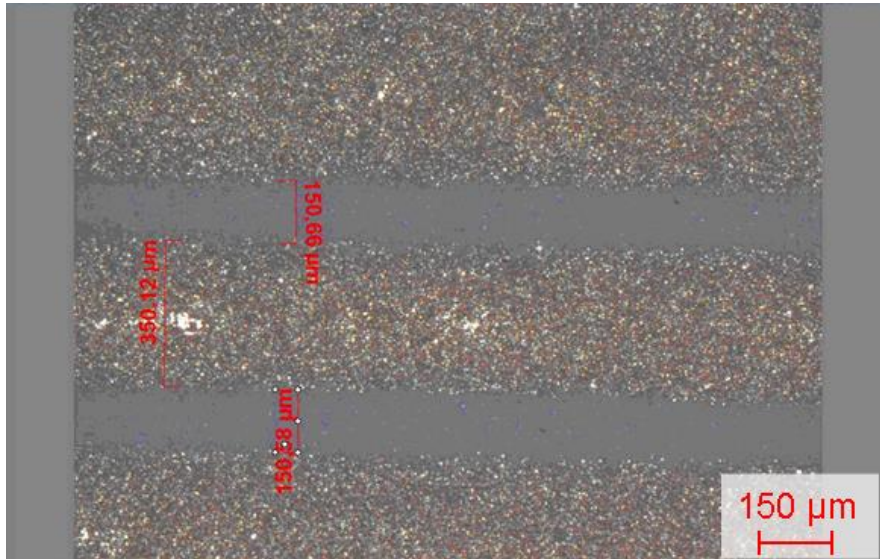


Figure II-13 - Image de la ligne CPW réalisée

La constante diélectrique du substrat d'alumine a été recalculée à partir des paramètres S mesurés sur la ligne CPW et de la formule permettant le calcul de  $\epsilon_{eff}$  de cette ligne :

$$\epsilon_{eff} = 1 + \frac{\epsilon_r - 1}{2} \cdot \frac{K(k_1)}{K'(k_1)} \cdot \frac{K'(k_0)}{K(k_0)} \quad (2.45)$$

### c) Résultats

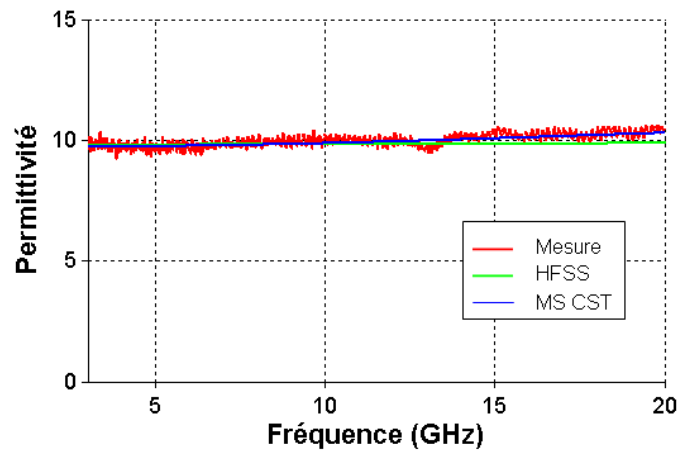


Figure II-14 - Résultat de l'application de la méthode NRW sur une ligne CPW sur un substrat nu

Le résultat de mesure de la ligne CPW (Figure II-14) coïncide parfaitement avec le résultat obtenu par simulation. Une constante diélectrique du substrat de  $\epsilon_r \sim 9,8$ , avec une erreur d'environ 2 % a été trouvée. La courbe de la tangente des pertes (Figure II-15) obtenue par la mesure est assez bruitée, et montre des valeurs plus élevées vers les basses fréquences. Mais ces pertes restent relativement du même ordre de grandeur que celles simulées.

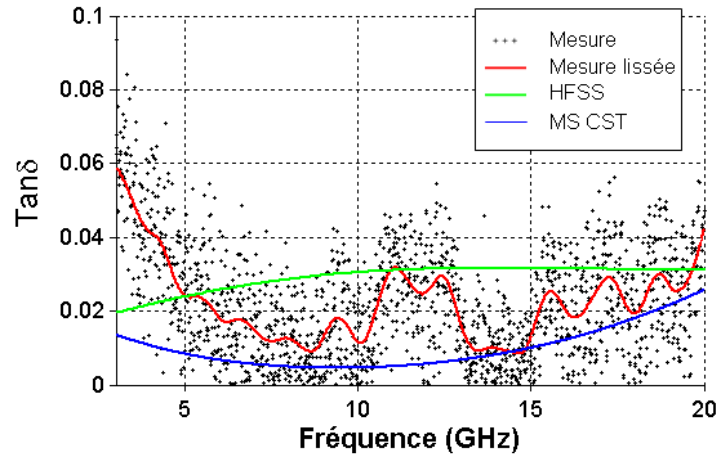


Figure II-15 - Tangente des pertes simulée et mesurée obtenues sur substrat d'alumine nu

## 2) Ligne CPW sur un échantillon en multicouche La-Ti-O-N/MgO

Dans cette partie, nous allons simuler une ligne CPW sur un échantillon multicouche (couche mince + substrat connu). Les propriétés de la couche mince extraites à partir de la simulation en utilisant les méthodes NRW-CMM seront comparées aux propriétés utilisées pour la réalisation de la simulation. Une estimation de l'incertitude des valeurs de  $\epsilon_r$  et de  $\tan\delta$  sera faite.

### a) Simulation

La caractérisation, dans le cas d'un échantillon en multicouches, doit se faire en deux étapes, comme expliqué dans la Figure II-16.

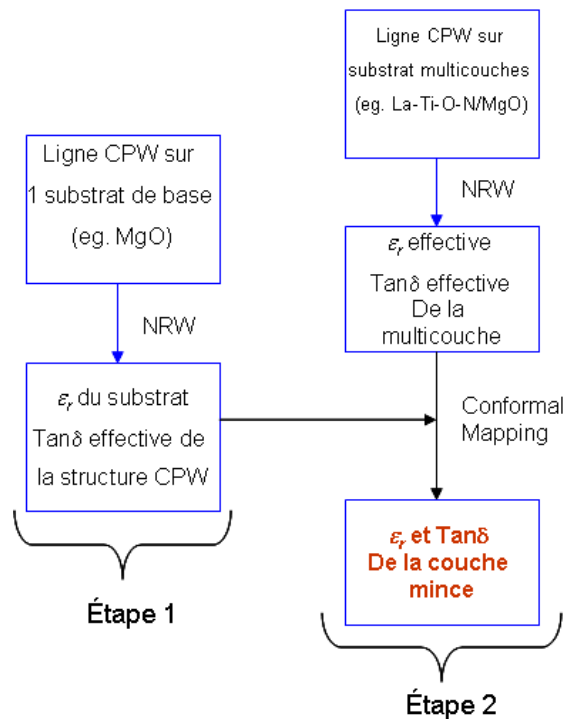


Figure II-16 - Procédure de calcul des propriétés diélectriques en utilisant des lignes CPW



Tout d'abord, la procédure est faite pour une ligne CPW sur un substrat nu (Figure II-17) afin d'avoir la valeur de référence de la tangente de pertes effective pour la structure de la ligne CPW, qui comprend les pertes métalliques. Les propriétés diélectriques du MgO sont données dans [34] et [35].

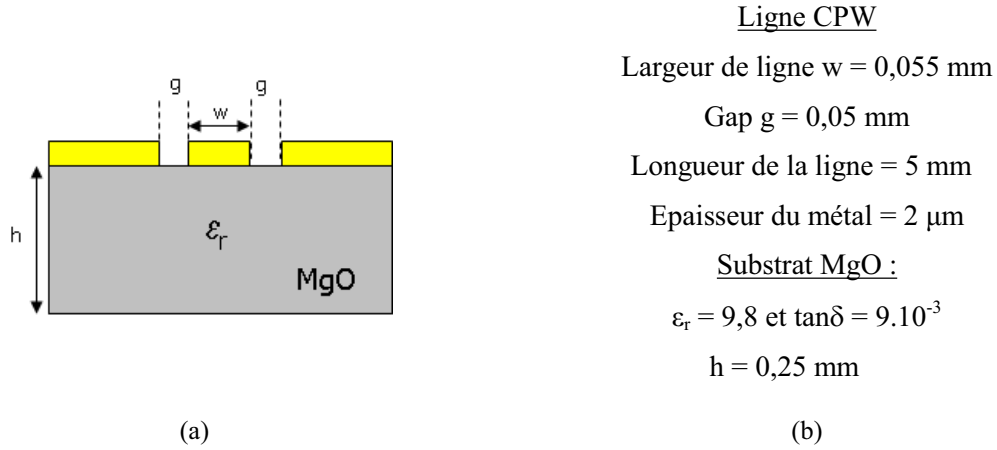


Figure II-17 – (a) Modèle de ligne CPW simple sur un substrat de MgO et (b) ses paramètres

A partir des paramètres de transmission et de réflexion ( $S_{21}$  et  $S_{11}$ ) de la simulation, nous retrouvons la valeur de la permittivité du substrat, avec une erreur d'environ 1,5 % (Figure II-18). Notons que la courbe de la Figure II-18b représente la tangente des pertes effective de toute la structure utilisant la ligne CPW.

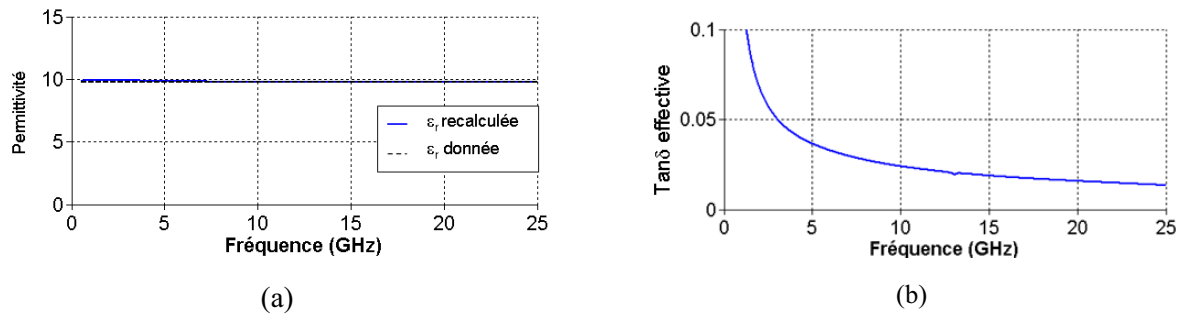


Figure II-18 - Les valeurs retrouvées (a) de la permittivité et (b) de la tangente de pertes effectives de la ligne CPW sur substrat MgO nu

Ensuite, la procédure NRW- CMM est appliquée sur une ligne CPW déposée sur un échantillon en multicouche, comme illustré dans la Figure II-19. Dans cette nouvelle configuration, la ligne CPW repose sur une couche de La-Ti-O-N déposée sur un substrat de MgO. Une valeur de permittivité relative de la couche La-Ti-O-N de 150 a été utilisée pour l'étude numérique. Cette valeur est basée sur des études antérieures [36]. Les propriétés diélectriques des couches minces La-Ti-O-N étudiées durant cette thèse seront présentées ultérieurement dans les chapitres III et IV.

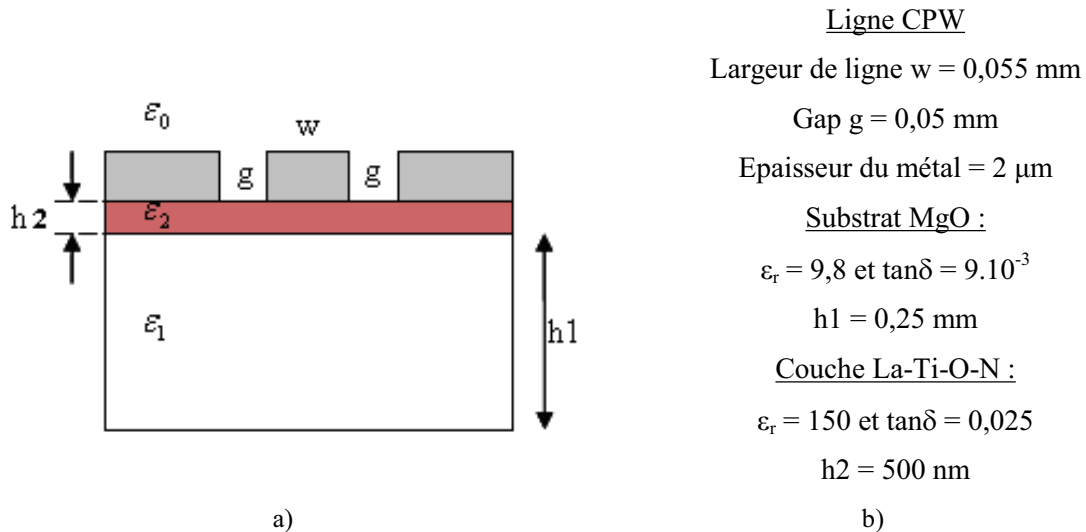


Figure II-19 - Schéma de principe (a) et paramètres de simulation (b) d'une ligne CPW sur un échantillon en multicouche

A partir des résultats de simulation des paramètres S et des valeurs de références de la ligne CPW sur substrat nu, les valeurs de la constante diélectrique et de la tangente de pertes sont recalculées (Figure II-20).

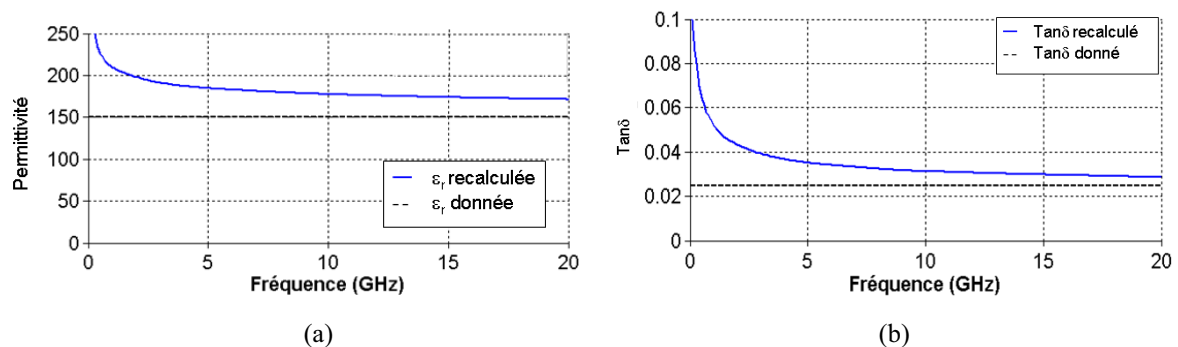


Figure II-20 - Résultat pour la simulation de la ligne CPW sur La-Ti-O-N ( $\epsilon_r = 150$ )/MgO a) de la permittivité et b) tangente de pertes

A 10 GHz, les valeurs de la constante diélectrique et de la tangente des pertes recalculées sont respectivement de 177 et 0,031. Ces valeurs ne correspondent pas parfaitement aux valeurs injectées pour la simulation. L'erreur ici est de 18 % et 24 % pour la constante diélectrique et les pertes respectivement.

### b) Estimation de l'incertitude et correction apportée

Nous avons montré dans la section précédente que l'incertitude sur les valeurs obtenues pour la caractérisation diélectrique de la couche mince est non négligeable. Afin de connaître l'origine de cette erreur et évaluer la précision de la procédure, plusieurs simulations des lignes CPW sur un échantillon en multicouche ont été faites en variant l'épaisseur de la couche mince. Les valeurs de constante diélectrique et de tangente des pertes recalculées sont

présentées dans les Figure II-21 et Figure II-22. Ces valeurs sont prises à la fréquence de 10 GHz. Les simulations ont été réalisées sous Ansoft HFSS et aussi CST Microwave Studio.

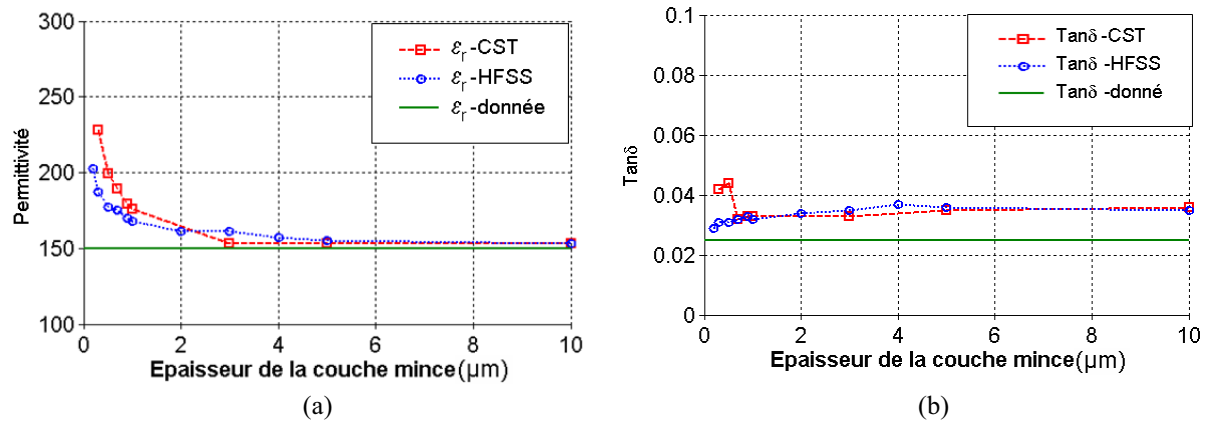


Figure II-21 - Calcul de a) la permittivité et de b) la tangente des pertes, en fonction de l'épaisseur de la couche mince (entre 200 nm et 10  $\mu m$ )

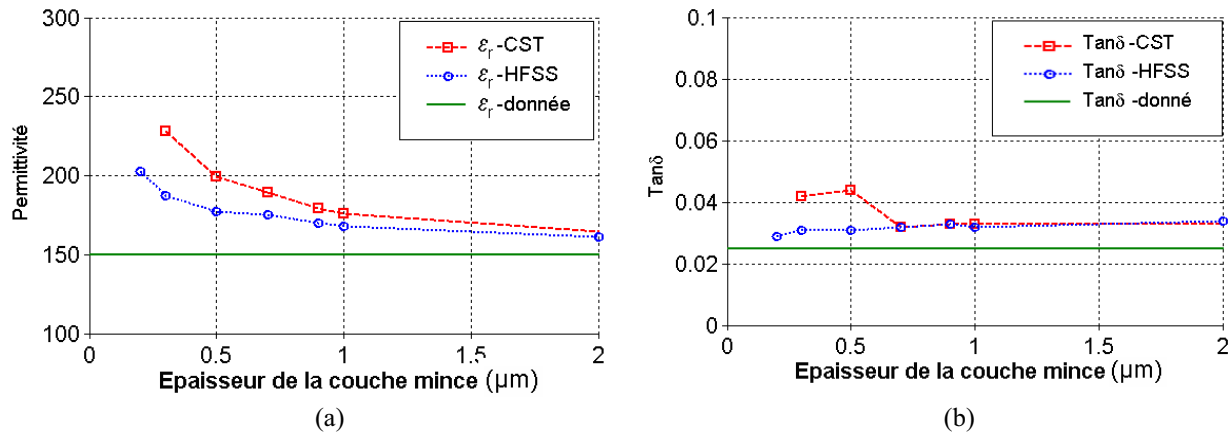


Figure II-22 - Calcul de a) la permittivité et b) la tangente des pertes, en fonction de l'épaisseur de la couche mince (entre 200 nm et 2  $\mu m$ )

Nous remarquons que l'erreur obtenue sur la constante diélectrique augmente quand l'épaisseur de la couche mince diminue et devient inférieure à 1  $\mu m$ . Au-delà de 4  $\mu m$  d'épaisseur, l'erreur obtenue avec les deux logiciels est d'environ 4 %. Cette erreur est par contre de 15 et 12 % pour une épaisseur de 1  $\mu m$ , par CST Microwave Studio et Ansoft HFSS respectivement, et devient de 52 et 25 % pour l'épaisseur de 0,3  $\mu m$ .

De même, l'erreur obtenue sur la tangente des pertes, sur une couche mince de 1  $\mu m$  est de 32 et 28 %, elle augmente à 68 et 24 % pour une épaisseur de 0,3  $\mu m$  (calculées par CST Microwave Studio et Ansoft HFSS respectivement).

Nous pouvons constater que quelle que soit l'épaisseur de la couche mince, l'erreur effectuée lors de l'utilisation de logiciel CST Microwave Studio est plus élevée. C'est pour cette raison, que nous choisissons d'effectuer l'extraction, dans le reste du manuscrit, avec le logiciel Ansoft HFSS.

Les fortes valeurs d'erreur obtenues sur la constante diélectrique et sur la tangente des pertes viennent du fait que l'épaisseur de la couche mince devient très fine par rapport à

l'épaisseur des lignes métalliques. Comme expliqué dans [18], une correction de cet écart peut être réalisée par la prise en compte des dimensions effectives de la ligne CPW :

$$g_e = g - \Delta \text{ et } w_e = w + \Delta \quad (2.46)$$

Où :

$$\Delta = \frac{1.25}{\pi} \cdot \left( 1 + \ln \left( \frac{4\pi w}{t} \right) \right) \quad (2.47)$$

$k_1$  et la constante diélectrique effective doivent aussi être substituées :

$$k_e = \frac{w_e}{w_e + 2g_e} \approx k_1 + (1 - k_1^2) \cdot \frac{\Delta}{2g} \quad (2.48)$$

Et :

$$\varepsilon_{eff}^t = \varepsilon_{eff} - \frac{0.7(\varepsilon_{eff} - 1) \cdot \frac{t}{g}}{\frac{K(k_1)}{K'(k_1)} + 0.7 \frac{t}{g}} \quad (2.49)$$

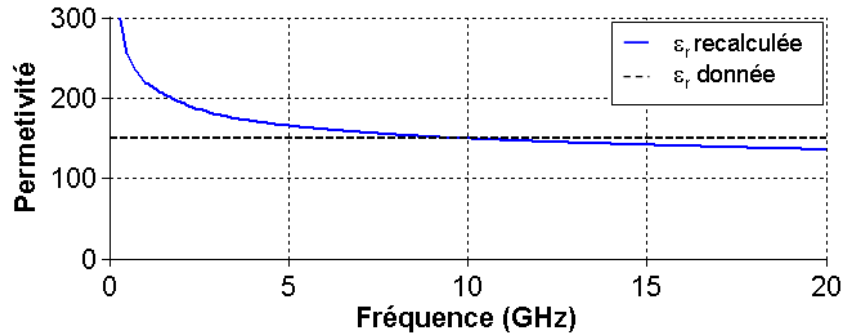


Figure II-23 - La constante diélectrique retrouvée pour une épaisseur de couche mince de 200 nm

Comparé avec la Figure II-20, le résultat montré dans la Figure II-23 est plus correct. Particulièrement à 10 GHz, une valeur de la constante diélectrique très proche de la valeur donnée (150) est retrouvée. Par contre, la correction n'affecte pas le résultat des pertes.

### III.1.2. Méthode de caractérisation multi-lignes

#### III.1.2.1. Principe

La méthode multi-lignes est proposée par R. Mark [19] et complétée par M. D. Janezic [7]. Elle est très utilisée pour la mesure de la constante diélectrique des couches minces [37]. Cette méthode permet de déterminer la constante de propagation à partir des paramètres de transmission et de réflexion de deux 2 lignes de transmission, qui peuvent être non calibrées.

Pour une ligne  $i$  ( $i = 1, 2$ ) de longueur  $l_i$ , la matrice mesurée en cascade est :

$$M^i = \frac{1}{S_{21}^i} \begin{bmatrix} -\det(S^i) & S_{11}^i \\ -S_{22}^i & 1 \end{bmatrix} \quad (2.50)$$

La constante de propagation de la ligne est alors calculée par :

$$\gamma = \frac{\ln\left[\frac{1}{2}(\lambda_+ + \lambda_-^{-1})\right]}{l_2 - l_1} \quad (2.51)$$

Où  $\lambda_+$  et  $\lambda_-$  sont les deux valeurs propres de la matrice  $M^1[M^2]^{-1}$ .

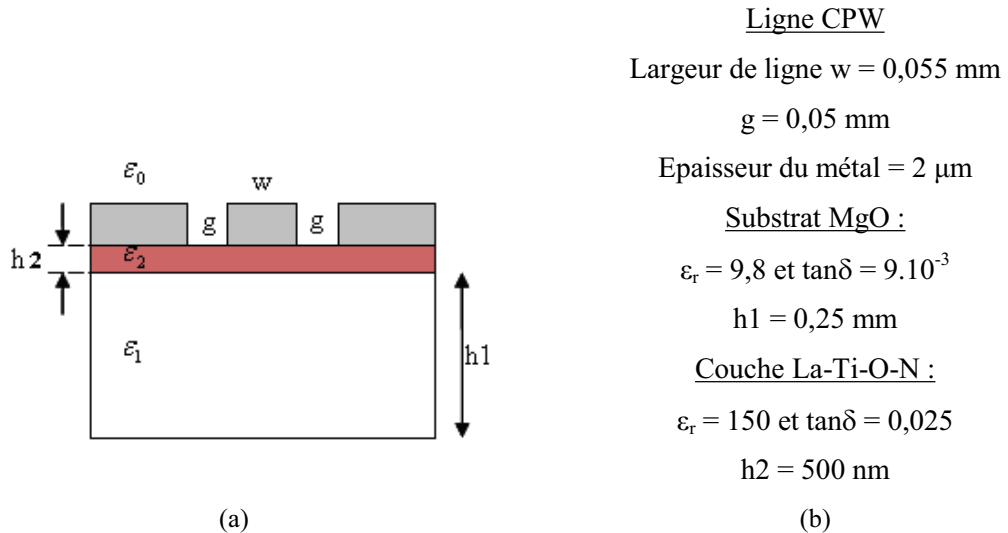
La constante diélectrique effective de la ligne est reliée à la constante de propagation par :

$$\epsilon_{eff} = -\left(\frac{\gamma}{k_0}\right)^2 \quad \text{Où :} \quad k_0 = \frac{\omega}{c} \quad (2.52)$$

De même que pour la méthode NRW, nous utilisons la technique CMM [32] pour calculer la permittivité relative de la couche mince en utilisant la procédure expliquée dans la Figure II-16 (où la méthode NRW est remplacée par la méthode de 2 lignes).

### III.1.2.2. Validation et estimation de l'incertitude de la méthode multi-lignes

La procédure est identique à celle utilisée pour la méthode NRW. Une ligne CPW reposant sur un échantillon en multicouche (couche mince déposée sur substrat MgO) a été simulée sous HFSS (Figure II-24). L'épaisseur de la couche mince varie entre 200 nm et 10  $\mu\text{m}$ .



**Figure II-24 - Schéma de principe (a) et paramètres et dimensions (b) d'une ligne CPW sur un échantillon en multicouche**

Les résultats de simulation nous ont permis de retrouver les valeurs de la constante diélectrique et de la tangente des pertes utilisées et sont présentés dans la figure qui suit (Figure II-25).

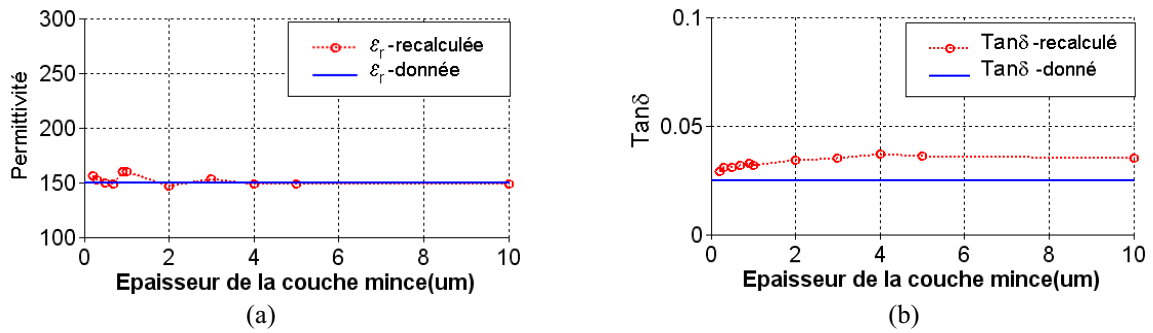


Figure II-25 - Calcul de la permittivité(a) et de la tangente des pertes(b) en fonction de l'épaisseur de la couche mince

Cette figure montre que l'incertitude obtenue sur les valeurs de la permittivité est très faible (entre 1 et 7 %). Cette dernière est relativement plus faible que l'incertitude obtenue par la méthode NRW (Figure II-21). Concernant les tangentes de pertes, l'incertitude est estimée à 28 % et 24 % avec les épaisseurs respectives de 1 et 0,3  $\mu m$ . Cette incertitude reste assez proche de celle obtenue par la méthode NRW, mais l'intérêt de la méthode 2 lignes est que les résultats sont indépendants de la calibration. En utilisant cette méthode nous pourrions espérer réduire les effets parasites dus aux équipements et aux dispositifs de mesure.

## III.2. Méthode de capacité MIM

### III.2.1. Modèles analytiques

Plusieurs structures capacitives sont utilisées en bibliographie pour la caractérisation en hautes fréquences des couches minces diélectriques telles que dans [24]. Ici nous avons choisi deux structures qui seront présentées dans les paragraphes suivants.

#### III.2.1.1. Modèle 1 - Disques imbriqués

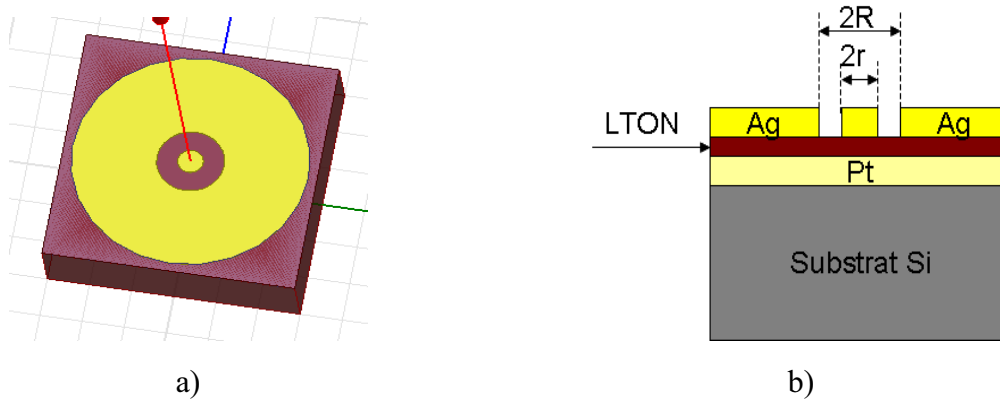


Figure II-26 - Modèle 1 de la capacité MIM utilisée a) vue de dessus b) vue de coupe

La méthode de capacité MIM (Métal-Isolant-Métal) utilisant les capacités en plaques métalliques coplanaires est largement employée pour la caractérisation diélectrique des couches minces en microondes. Comme illustré dans la Figure II-26, la couche mince du matériau à mesurer est déposée sur une électrode inférieure (couche métallique, ici platine Pt). L'électrode supérieure est réalisée par deux disques métalliques imbriqués avec des rayons  $R$  et  $r$ . Cette structure, originalement proposée par Ma et al. [24], n'exige pas de la gravure sur la couche mince pour la connexion à l'électrode inférieure [38], mais plutôt de la gravure des électrodes métalliques, ce qui est relativement plus facile. Une microsonde G-S-G (Ground-signal-Ground) coplanaire est utilisée pour la mesure de l'impédance entre la pastille centrale et le disque extérieur (Figure II-27).

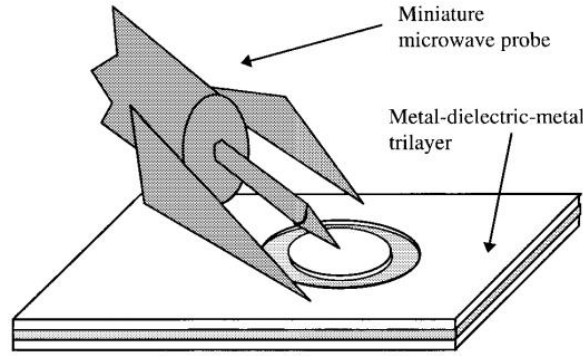


Figure II-27 - Configuration de mesure pour le modèle 1 de la structure MIM

La capacité est modélisée par le circuit équivalent présenté en Figure II-28.

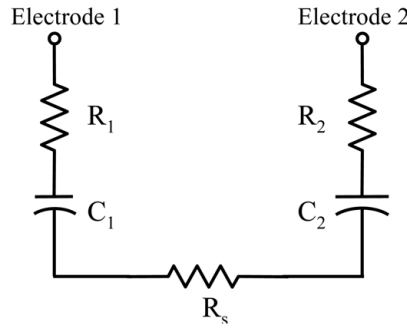


Figure II-28 - Circuit équivalent du modèle 1 de la structure MIM utilisée

$C_1$  et  $R_1$  représentent respectivement la capacité et la résistance de la couche mince entre le disque interne supérieur et l'électrode inférieure.  $C_2$  et  $R_2$  représentent celles entre le disque externe supérieur et l'électrode inférieure.  $R_s$  représente la résistance de la partie d'électrode inférieure, qui n'est pas couverte par l'électrode supérieure.

L'impédance de la structure  $Z_{DUT}$  est donnée par la relation qui suit [24] :

$$Z_{DUT} = R + jX = R_1 + R_2 + R_s + \frac{1}{j\omega} \left( \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2} \right) \quad (2.53)$$

D'autre part, l'impédance est aussi extraite de la mesure du paramètre  $S_{11}$  :

$$Z = \frac{1}{Z_0} \left( \frac{1 + S_{11}}{1 - S_{11}} \right) = R + jX \quad (2.54)$$

Du coup, en variant la dimension du disque central (mesure sur deux disques de rayons  $r_1$  et  $r_2$ ), nous pouvons déduire la valeur de la constante diélectrique de la couche isolante (ici nous accéderons directement à la constante diélectrique intrinsèque de la couche mince à caractériser) :

$$\text{Im}(Z_{DUT1} - Z_{DUT2}) = -\frac{1}{\omega} \frac{d}{\pi \epsilon_0 \epsilon_r} \left( \frac{1}{r_1^2} - \frac{1}{r_2^2} \right) \quad \text{sachant que} \quad C = \epsilon_r \epsilon_0 \frac{\pi r^2}{d} \quad (2.55)$$

La tangente de pertes est donnée par :

$$\tan \delta = -\frac{\text{Re}(Z_{DUT}) - R_s}{\text{Im}(Z_{DUT})} \quad (2.56)$$

Où :

$$R_s = \frac{\rho_s}{2\pi} \left( \ln\left(\frac{R}{r}\right) \right) + R_{eq} \quad (2.57)$$

Dans cette formule,  $\rho_s$  est la résistance de surface du métal. On peut l'estimer :

- Pour une tension DC :  $\rho_s = \frac{\rho}{t}$  où  $\rho$  est la résistivité du métal et  $t$  est l'épaisseur de la métallisation
- Pour une tension AC (dans la bande RF) :  $\rho_s = \frac{\rho}{\delta_s}$

Où  $\delta_s$  est l'épaisseur de peau :  $\delta_s = \sqrt{\frac{\rho}{\pi f \mu_0 \mu_r}} \quad (2.58)$

Dans le calcul des pertes, nous devons ajouter un paramètre  $R_{eq}$ , qui est la résistance équivalente pour la résistance parasite de l'électrode extérieure, les pertes métalliques des électrodes et aussi les résistances de contact entre les électrodes et les pointes de mesure. La valeur de  $R_{eq}$  peut être considérée comme une valeur de correction pour la mesure de la tangente de pertes et estimée expérimentalement comme expliqué dans [24], [39].



### III.2.1.2. Modèle 2 - Patchs rectangulaires

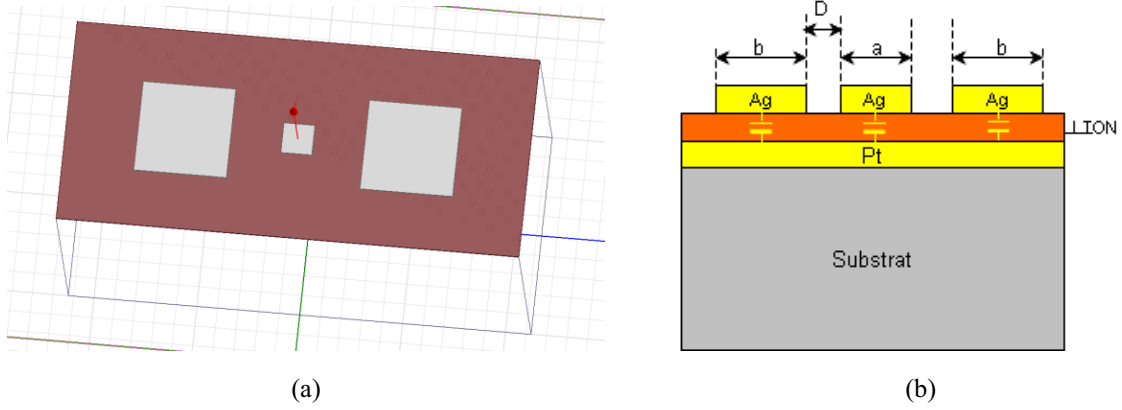


Figure II-29 - Modèle 2 de la capacité MIM utilisée a) vue de dessus b) vue en coupe

Le premier modèle en disques imbriqués peut montrer des effets parasites assez importants dus à l'électrode extérieure [24]. Dans le but de minimiser ces effets et d'utiliser une structure exploitable pour les applications Radio Fréquence, nous proposons dans cette thèse une nouvelle structure de capacité qui est illustrée dans la Figure II-29. Cette capacité, similaire à la structure précédente, est composée d'un plan métallique reposant sur le substrat qui constituera l'électrode inférieure (masse flottante) ; l'électrode supérieure est réalisée par 3 patchs métalliques de forme carrée avec des dimensions a et b. Le circuit équivalent de cette structure est présenté en Figure II-30.

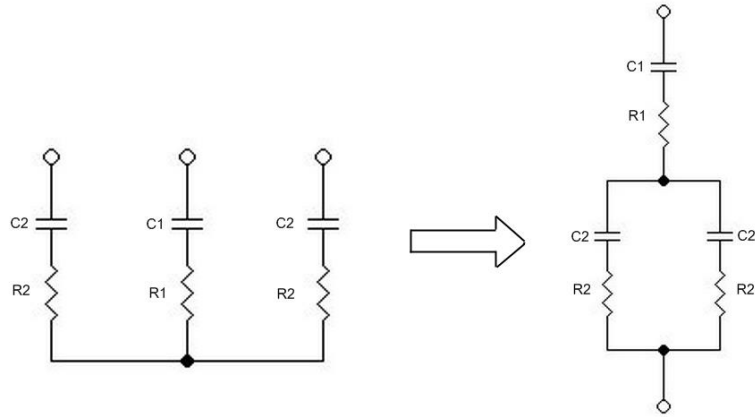


Figure II-30 - Circuit équivalent du modèle 2 de la capacité MIM utilisée

La capacité totale est égale à :

$$C_T = \frac{C_1 * 2C_2}{C_1 + 2C_2} = \frac{C_1}{\frac{C_1}{2C_2} + 1} < C_1 \quad (2.59)$$

Pour cette structure, la valeur de la capacité totale est limitée par la valeur de la capacité centrale (plus petite) quelles que soient les dimensions des deux plus grands patches (capacités élevées).

L'impédance équivalente du dispositif est donnée par :

$$Z_{DUT} = R + jX = R_1 + R_{2//} + R_s + \frac{1}{j\omega} \left( \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_{2//}} \right) \quad (2.60)$$

Avec :

$$R_s = \rho_s \frac{b-a}{D} \left( \ln\left(\frac{b}{a}\right) + R_{eq} \right) \quad (2.61)$$

Où,  $R_{2//}$  et  $C_{2//}$  sont la résistance et la capacité équivalentes en parallèle créées par des patches rectangulaires extérieurs

$R_s$  est la résistance de la partie d'électrode inférieure qui n'est pas couverte par l'électrode supérieure.  $R_{eq}$  est la résistance équivalente pour les pertes parasites des électrodes.

La valeur de la permittivité relative de la couche mince est calculée à partir de la mesure de l'impédance du dispositif en variant la dimension de la pastille centrale :

$$\text{Im}(Z_{DUT1} - Z_{DUT2}) = -\frac{1}{\omega \varepsilon_0 \varepsilon_r} \left( \frac{1}{a_1^2} - \frac{1}{a_2^2} \right) \quad (2.62)$$

### III.2.2. Validation de la méthode par simulation

#### III.2.2.1. Modèle 1

Une simulation de la structure de la capacité du modèle 1 est réalisée par HFSS avec les dimensions et propriétés suivantes :

- La couche mince diélectrique :

$\varepsilon_r = 80, 100$  ou  $150$ , tangente de pertes  $= 0,02$  et épaisseur de la couche mince  $d = 500$  nm.

- Les électrodes supérieures en argent ( $\sigma = 6,1 \cdot 10^7$  S/m) :

$r = 30$   $\mu\text{m}$  et  $R = 80$   $\mu\text{m}$ .

La capacité totale (Figure II-31) est calculée par :  $C_T = \frac{\text{Im}(Y_{11})}{2\pi f}$

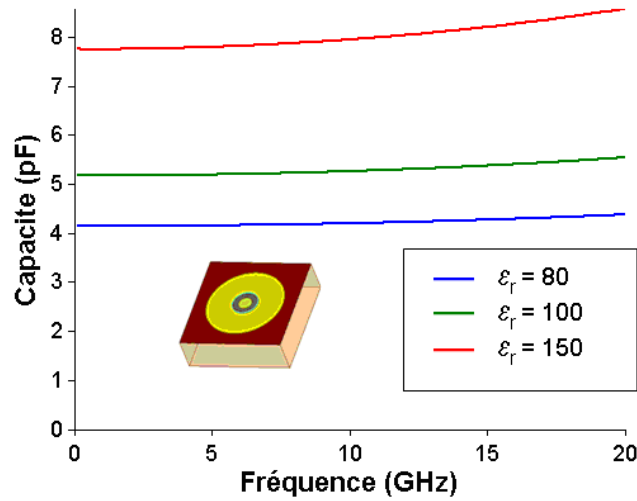


Figure II-31 - La capacité de structure 1 simulée en fonction de la fréquence pour trois valeurs de permittivité : 80, 100 et 150 ( $r = 30 \mu\text{m}$ )

Par la suite, la constante diélectrique de la couche mince est recalculée en utilisant deux capacités MIM avec différents rayons du disque central (Figure II-32).

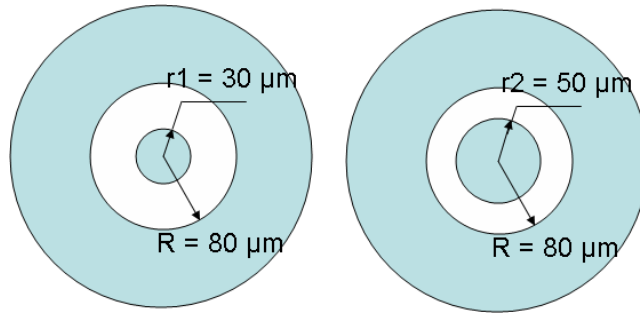


Figure II-32 - Modèle 1 de la capacité MIM avec un rayon central différent ( $r_1$  et  $r_2$ )

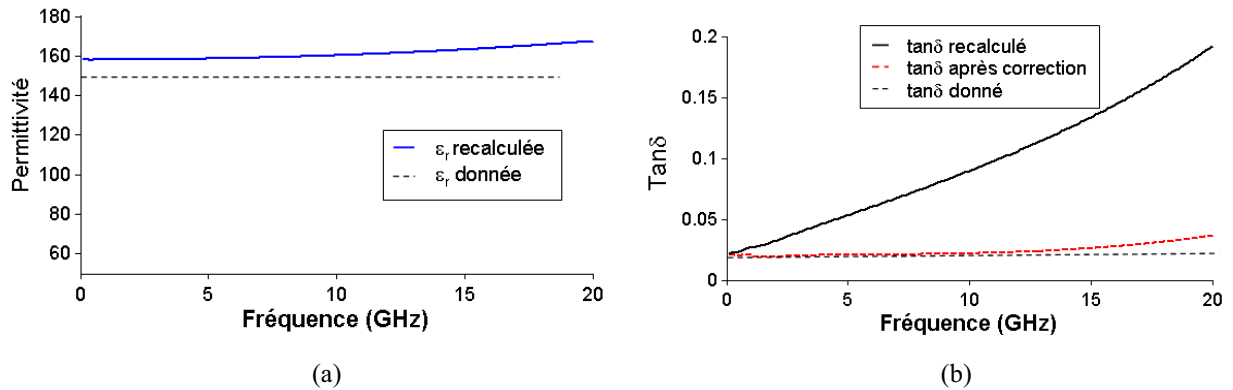


Figure II-33 - Résultat de permittivité(a) et de tangente des pertes(b) pour  $r_1 = 30 \mu\text{m}$ ,  $r_2 = 50 \mu\text{m}$ ,  $\epsilon_r = 150$

La permittivité utilisée pour la couche mince diélectrique est retrouvée avec une erreur d'environ 5 à 7 %. La Figure II-33 montre que la tangente des pertes effectives du dispositif augmente très vite avec la fréquence. Selon Z. Ma [24], la valeur de  $R_{eq}$  est choisie de telle sorte que l'effet parasite de l'électrode extérieure soit compensé ou bien que les valeurs des

pertes soient les plus possibles indépendantes de la fréquence. En appliquant une valeur de correction  $R_{eq} = 0,5 \text{ Ohm}$ , la tangente de pertes intrinsèques du matériau est retrouvée.

### III.2.2.2. Modèle 2

La simulation de cette capacité (Figure II-34) est réalisée par HFSS avec les dimensions et les caractéristiques suivantes :

- La couche mince diélectrique :  
 $\epsilon_r = 80, 100 \text{ et } 150$  ; tangente de pertes = 0,02 et épaisseur de la couche mince = 500 nm.
- Les électrodes (patches) supérieures :  
 $a = 30 \text{ }\mu\text{m}$  et  $b = 200 \text{ }\mu\text{m}$ .

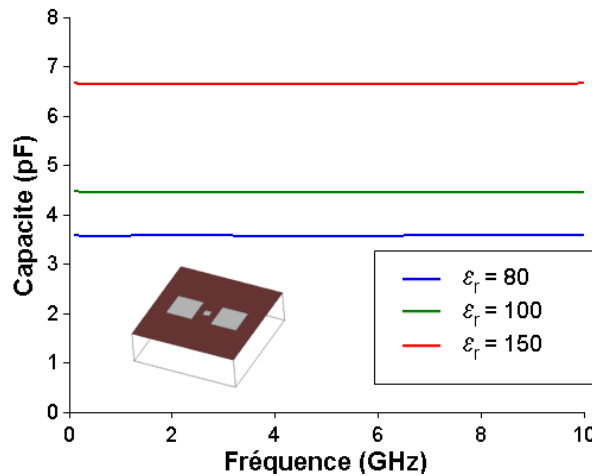


Figure II-34 - La capacité MIM simulée avec le modèle 2 pour une permittivité de la couche mince de 80, 100 et 150 ( $a = 30 \text{ }\mu\text{m}$  et  $b = 200 \text{ }\mu\text{m}$ )

Par la suite, et comme précédemment, la permittivité de la couche diélectrique est recalculée en utilisant deux capacités MIM avec différentes dimensions de la pastille centrale.

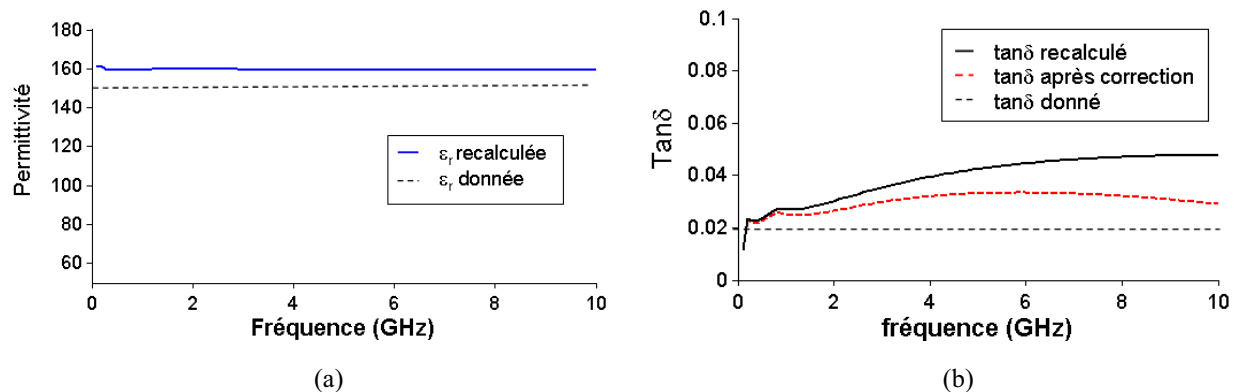


Figure II-35 - Résultat de la permittivité (a) et de la tangente des pertes(b) pour  $a_1 = 30$ ,  $a_2 = 50$ ,  $\epsilon_r = 100$

Les valeurs de la permittivité extraites (Figure II-35a) sont plus stables que dans le modèle 1 et présentent une erreur d'environ 7 % par rapport à la valeur utilisée initialement pour la simulation. La Figure II-35b montre que la tangente des pertes effective du dispositif dépend de la fréquence. Mais par rapport au modèle 1, la variation de la courbe en fonction de la fréquence est beaucoup plus faible. Une valeur de résistance de correction  $R_{eq}$  de 0,03 Ohm a été utilisée pour cette simulation, soit seize fois plus faible que celle utilisée pour le modèle 1.

### III.2.2.3. Estimation de l'incertitude

Pour évaluer la précision de la méthode, plusieurs simulations des structures MIM sur un échantillon en multicouche ont été faites en variant l'épaisseur de la couche mince, de  $d = 200$  nm à  $10\ \mu\text{m}$ . Les valeurs de permittivité et de tangente des pertes sont recalculées et présentées dans les Figure II-36 et Figure II-37

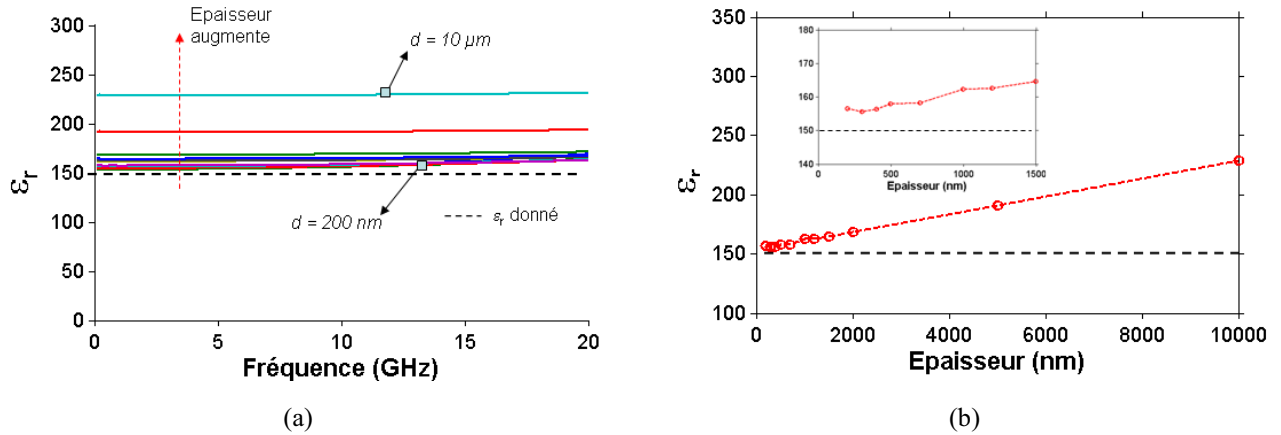


Figure II-36 - Calcul de la permittivité dans la bande 0,1-20 GHz (a) et à 10 GHz (b) en fonction de l'épaisseur de la couche mince pour le modèle 1 – Disques imbriqués

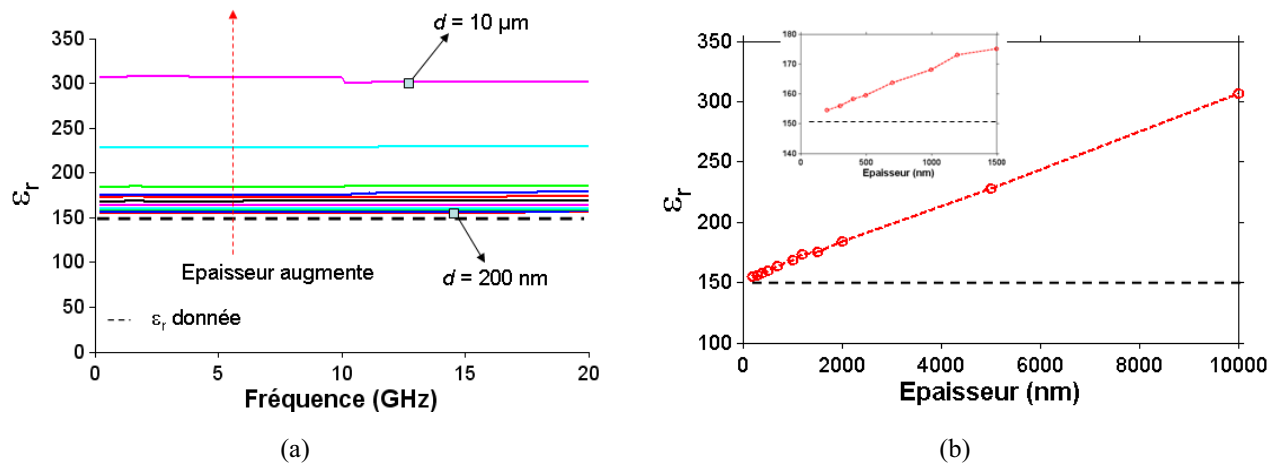


Figure II-37 - Calcul de la permittivité dans la bande 0,1-20 GHz (a) et à 10 GHz (b) en fonction de l'épaisseur de la couche mince pour le modèle 2 – Patchs rectangulaires

La permittivité initiale est retrouvée avec une erreur de 4 à 8 % pour le modèle 1 et de 3 à 12 % pour le modèle 2 quand l'épaisseur de la couche mince augmente de 0,2 à  $1\ \mu\text{m}$ . Nous pouvons remarquer que l'erreur augmente linéairement avec l'augmentation de l'épaisseur de

la couche, elle devient de 52 % pour le modèle 1 et 104 % pour le modèle 2, à 10  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Ce phénomène peut être expliqué comme suivant : quand la couche est fine, les lignes du champ électrique traversent la couche et arrivent au plan de masse flottant, donc forment l'effet des capacités en séries comme illustré dans les Figure II-26 et Figure II-29. Lorsque la couche devient plus épaisse, les lignes du champ se dispersent et une partie passe directement à l'électrode extérieure, qui forme un effet de capacité en parallèle (Figure II-38). Les circuits équivalents des Figure II-28 et Figure II-30 ne sont plus précis, d'où les erreurs estimées.

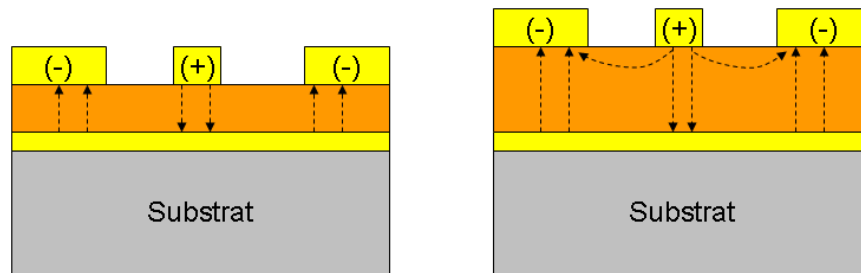


Figure II-38 – Les lignes de champs électriques avec différentes épaisseurs de la couche mince

Au contraire du calcul de la permittivité, le calcul de la tangente de pertes est plus précis quand l'épaisseur de la couche mince augmente. L'incertitude de cette valeur, pour le modèle 1 et à la fréquence de 10 GHz, est de l'ordre de 2 % pour une couche mince de 10  $\mu\text{m}$  mais devient de 300 % lorsque l'épaisseur de la couche diminue à 0,2  $\mu\text{m}$ .

La même observation est faite sur les incertitudes observées sur le modèle 2. A 10 GHz, elles sont de l'ordre de 1 % pour 10  $\mu\text{m}$  d'épaisseur et de 140 % pour 0,2  $\mu\text{m}$ . Ces valeurs sont non négligeables.

Ceci est expliqué par l'effet des lignes de champ électrique (Figure II-38). Quand la couche est plus épaisse, la partie des lignes de champ qui arrive à la masse flottante est de moins en moins importante. Du coup l'effet inductif, dû à la section métallique de la masse flottante (en argent et titane) située entre les deux électrodes, est réduit. Comme la tangente des pertes est calculée directement à partir de l'impédance, elle est donc calculée de façon plus précise (Figure II-39 et Figure II-40).

Une correction, par l'introduction d'une résistance  $R_{eq}$  (paragraphe III.2.1), a permis de réduire cette incertitude (Figure II-39 et Figure II-40). Elle devient de 20 % et 40 % pour une couche de 0,2  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, pour le modèle 1 et modèle 2 respectivement. Mais la valeur de cette correction, reste expérimentalement difficile à définir, et la valeur de l'incertitude reste donc inconnue, si les pertes du matériau ne sont pas connues (ce qui est le cas dans la caractérisation de nos couches minces dans le chapitre IV).

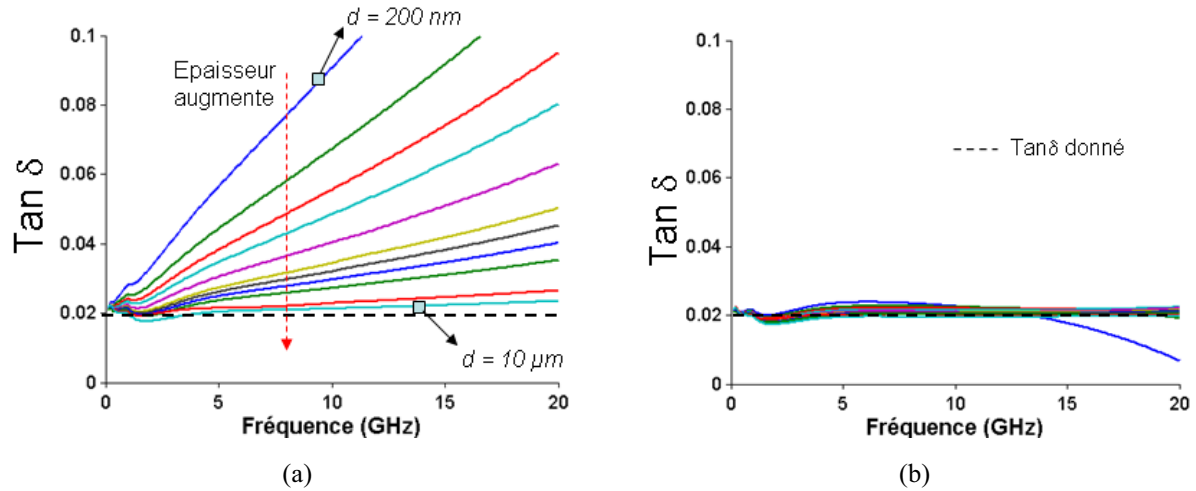


Figure II-39 – Calcul de la tangente des pertes selon la variation d'épaisseur de la couche mince, a) sans correction et b) avec correction,  $R_{eq} = 0,3\Omega$ , du modèle 1 – Disques imbriqués

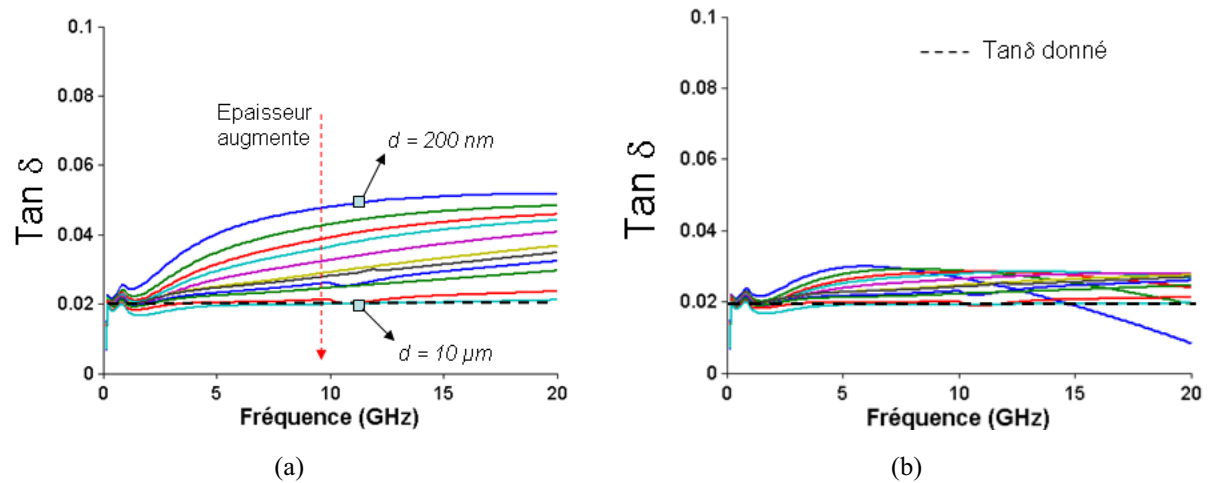
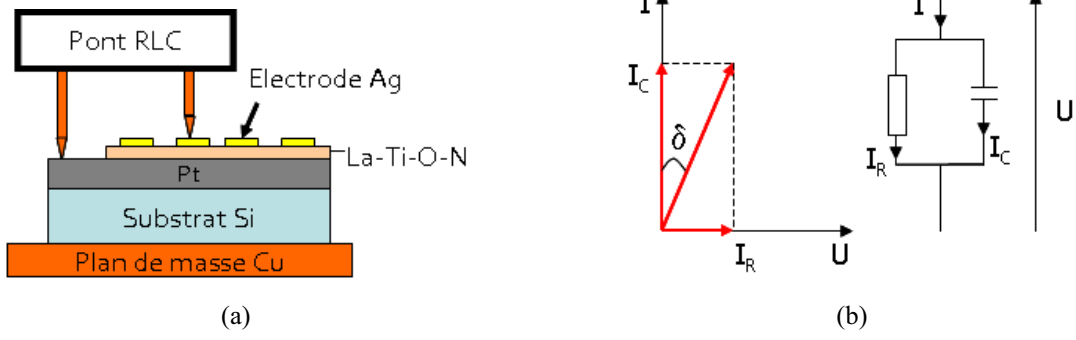


Figure II-40 - Calcul de la tangente des pertes selon la variation d'épaisseur de la couche mince, a) sans correction et b) avec correction,  $R_{eq} = 0,1\Omega$ , du modèle 2 – Patches rectangulaires

### III.3. Mesure diélectrique en basse fréquence

La technique de caractérisation diélectrique utilisant une structure Métal/Isolant/Métal (MIM) est la méthode la plus utilisée pour les mesures en basses fréquences. La capacité d'un condensateur formé par cette structure est utilisée pour déduire la valeur de la constante diélectrique de la couche mince située entre les deux électrodes, ainsi que les valeurs des pertes diélectriques [40].



**Figure II-41 - Schéma du principe de la mesure par structure MIM en basse fréquence a) et représentation de la tangente de pertes suivant Fresnel b)**

La valeur de  $\varepsilon_r$  est déduite des mesures de la capacité  $C$ . Les pertes diélectriques pour cette structure correspondent à l'énergie qui est dissipée dans le matériau lorsque celui-ci est soumis à un champ électrique. La notion de pertes diélectriques peut être introduite en utilisant le diagramme de Fresnel et le schéma équivalent (Figure II-41). Ce diagramme met en relation l'intensité et la tension appliquées aux bornes d'un condensateur, afin de mettre en évidence le déphasage existant entre ces deux grandeurs.

D'après le diagramme de Fresnel, on a :

$$\tan \delta = \frac{|\vec{I}_R|}{|\vec{I}_C|} \quad (2.63)$$

Sur le schéma équivalent, on peut voir que :  $\vec{I} = \vec{I}_R + \vec{I}_c$

Donc :

$$U = |\vec{I}_R| R = \frac{|\vec{I}_C|}{jC\omega} \quad (2.64)$$

D'où :

$$\tan \delta = \frac{U}{R} \frac{1}{UC\omega} = \frac{1}{\omega RC} \quad \text{et} \quad \varepsilon_r = \frac{C.t}{S.\varepsilon_0} \quad (2.65)$$

Où  $S$  et  $t$  sont, respectivement, la surface de l'électrode et l'épaisseur de la couche diélectrique ;  $\varepsilon_0 = 8,85.10^{-12} \text{ Fm}^{-1}$  est la permittivité de l'air.

Les pertes diélectriques du condensateur sont donc caractérisées par la tangente de l'angle des pertes  $\delta$ . Dans le cas où les pertes du matériau sont très faibles,  $R$  tend vers l'infini et le schéma équivalent n'est plus représenté que par une capacité. Il est à noter que les pertes diélectriques peuvent être exprimées à l'aide d'une autre grandeur appelée facteur de qualité. Ce paramètre, noté  $Q$ , est lié aux pertes diélectriques par la relation :

$$Q = \frac{1}{\tan \delta} \quad (2.66)$$



## IV. CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous avons présenté les structures utilisées pour la caractérisation diélectrique des nouveaux matériaux perovskites La-Ti-O-N. Un descriptif succinct des méthodes de caractérisation diélectrique en hautes fréquences les plus couramment utilisées dans la bibliographie a été fait dans cette partie du manuscrit. Quelques méthodes ont été étudiées plus en détail afin de choisir celles qui répondent le mieux à nos besoins et aux caractéristiques des composés La-Ti-O-N étudiés. A partir des résultats de cette étude, deux types de structure ont été choisis et présentés en détail. Les formules théoriques proposées pour l'extraction de la permittivité et des pertes diélectriques ont été décrites. L'utilisation de ces méthodes, adaptées à la mesure de couches minces, nous permettra, comme présenté dans la suite de ce manuscrit, d'accéder aux propriétés du matériau sur une large bande de fréquence.

L'estimation de l'incertitude de ces méthodes a été réalisée par simulation et par mesure d'un matériau connu. Les premières sources d'erreur, telles que l'effet de l'épaisseur de la couche mince, de l'épaisseur de la ligne de transmission et de l'inductance et résistance parasite de la structure MIM, ont été discutées. Des corrections proposées dans la littérature ont été introduites afin de réduire cette incertitude.

Les méthodes utilisant des lignes de transmission montrent une incertitude d'environ 7 % pour la mesure de la permittivité et 28 % pour la tangente de pertes. La précision pour la mesure de la permittivité augmente avec l'épaisseur de la couche mince qui est dans notre cas limitée à quelques centaines de nanomètres, comme nous le verrons dans le chapitre des résultats diélectriques (Chapitre IV). Les méthodes utilisant des structures de capacité MIM, quant à elles, montrent une erreur d'environ 8 % pour la mesure de la constante diélectrique et 20 % sur la tangente des pertes dans le modèle 1 le plus favorable, qui sera donc utilisé dans les résultats du chapitre IV.

A partir de cette étude, différents dispositifs pour la caractérisation des couches minces La-Ti-O-N ont été réalisés (Chapitre III). Les résultats obtenus avec ces dispositifs seront présentés et analysés dans le chapitre suivant (Chapitre IV).

## REFERENCE

- [1] A. Ziani, C. Le Paven-Thivet, L. Le Gendre, D. Fasquelle, J. C. Carru, F. Tessier, and J. Pinel, "Structural and dielectric properties of oxynitride perovskite LaTiOxNy thin films," *Thin Solid Films*, vol. 517, no. 2, pp. 544–549, Nov. 2008.
- [2] E. Bruyer and A. Sayede, "Density functional calculations of the structural, electronic, and ferroelectric properties of high-k titanate Re<sub>2</sub>Ti<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (Re = La and Nd)," *Journal of Applied Physics*, vol. 108, no. 5, pp. 053705–053705–9, Sep. 2010.
- [3] M. Kimura, S. Nanamatsu, T. Kawamura, and S. Matsushita, "Ferroelectric, Electrooptic and Piezoelectric Properties of Nd<sub>2</sub>Ti<sub>2</sub>O<sub>7</sub> Single Crystal," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 13, no. 9, pp. 1473–1474, 1974.
- [4] V. V. Komarov and V. V. Yakovlev, "Modeling-Assisted Perturbation Technique for Measurment of Complex Permittivity," in *Annual microwave heating symposium*, 2002, pp. 58–61.
- [5] A. Parkash, J. K. Vaid, and A. Mansingh, "Measurement of Dielectric Parameters at Microwave Frequencies by Cavity-Perturbation Technique," *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, vol. 27, no. 9, pp. 791 – 795, Sep. 1979.
- [6] E. J. Vanzura, J. R. Baker-Jarvis, J. H. Grosvenor, and M. D. Janezic, "Intercomparison of permittivity measurements using the transmission/reflection method in 7-mm coaxial transmission lines," *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, vol. 42, no. 11, pp. 2063 –2070, Nov. 1994.
- [7] M. D. Janezic and J. A. Jargon, "Complex permittivity determination from propagation constant measurements," *Microwave and Guided Wave Letters, IEEE*, vol. 9, no. 2, pp. 76–78, 1999.
- [8] J. Baker-Jarvis, E. J. Vanzura, and W. A. Kissick, "Improved technique for determining complex permittivity with the transmission/reflection method," *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, vol. 38, no. 8, pp. 1096 –1103, Aug. 1990.
- [9] P. Queffelec, P. Gelin, J. Gieraltowski, and J. Loaec, "A microstrip device for the broad band simultaneous measurement of complex permeability and permittivity," *Magnetics, IEEE Transactions on*, vol. 30, no. 2, pp. 224 –231, Mar. 1994.
- [10] M. D. Janezic, D. F. Williams, V. Blaschke, A. Karamcheti, and C. S. Chang, "Permittivity characterization of low-k thin films from transmission-line measurements," *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, vol. 51, no. 1, pp. 132 – 136, Jan. 2003.
- [11] F. W. Van Keuls, C. T. Chevalier, F. A. Miranda, C. M. Carlson, T. V. Rivkin, P. A. Parilla, J. D. Perkins, and D. S. Ginley, "Comparison of the experimental performance of ferroelectric CPW circuits with method-of-moment simulations and conformal mapping analysis," *Microwave and Optical Technology Letters*, vol. 29, no. 1, pp. 34–37, 2001.
- [12] J. Hinojosa, K. Lmimouni, S. Lepilliet, and G. Dambrine, "Very high broadband electromagnetic characterization method of film-shaped materials using coplanar," *Microwave and Optical Technology Letters*, vol. 33, no. 5, pp. 352–355, 2002.
- [13] A. Raj, W. S. Holmes, and S. R. Judah, "Wide bandwidth measurement of complex permittivity of liquids using coplanar lines," in *Instrumentation and Measurement*

- Technology Conference, 2000. IMTC 2000. Proceedings of the 17th IEEE, 2000*, vol. 2, pp. 802–809 vol.2.
- [14] S. S. Stuchly and C. E. Bassey, “Microwave coplanar sensors for dielectric measurements,” *Measurement Science and Technology*, vol. 9, no. 8, pp. 1324–1329, Aug. 1998.
  - [15] B. Kang, J. Cho, C. Cheon, and Y. Kwon, “Nondestructive measurement of complex permittivity and permeability using multilayered coplanar waveguide structures,” *Microwave and Wireless Components Letters, IEEE*, vol. 15, no. 5, pp. 381–383, May 2005.
  - [16] J. Shenhui, D. Ding, and J. Quanxing, “Measurement of electromagnetic properties of materials using transmission/reflection method in coaxial line,” in *Environmental Electromagnetics, 2003. CEEM 2003. Proceedings. Asia-Pacific Conference on*, 2003, pp. 590–595.
  - [17] A. M. Nicolson and G. F. Ross, “Measurement of the Intrinsic Properties of Materials by Time-Domain Techniques,” *Instrumentation and Measurement, IEEE Transactions on*, vol. 19, no. 4, pp. 377–382, Nov. 1970.
  - [18] K. C. Gupta, *Microstrip lines and slotlines*. Boston: Artech House, 1996.
  - [19] R. B. Marks, “A multiline method of network analyzer calibration,” *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 39, no. 7, pp. 1205–1215, Jul. 1991.
  - [20] C. J. Mathai, S. Saravanan, M. R. Anantharaman, S. Venkitachalam, and S. Jayalekshmi, “Characterization of low dielectric constant polyaniline thin film synthesized by ac plasma polymerization technique,” *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 35, no. 3, pp. 240–245, Feb. 2002.
  - [21] G. Power, J. K. Vij, and M. Shaw, “Refractive index at infrared wavelengths and dielectric permittivity of pure and fluorinated silicon dioxide from measurements of their thin films deposited on Si,” *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 37, no. 9, pp. 1362–1370, May 2004.
  - [22] J. Park, J. Lu, S. Stemmer, and R. A. York, “Microwave dielectric properties of tunable capacitors employing bismuth zinc niobate thin films,” *Journal of Applied Physics*, vol. 97, no. 8, pp. 084110–084110–4, Apr. 2005.
  - [23] N. N. J. Obrzut, “Broadband characterization of high-dielectric constant films for power-ground decoupling,” *Instrumentation and Measurement, IEEE Transactions on*, no. 4, pp. 829–832, 2002.
  - [24] Zhengxiang Ma, A. J. Becker, P. Polakos, H. Huggins, J. Pastalan, Hui Wu, K. Watts, Y. H. Wong, and P. Mankiewicz, “RF measurement technique for characterizing thin dielectric films,” *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 45, no. 8, pp. 1811–1816, Aug. 1998.
  - [25] S. Sheng, P. Wang, X. Y. Zhang, and C. K. Ong, “Characterization of microwave dielectric properties of ferroelectric parallel plate varactors,” *J. Phys. D: Appl. Phys.*, vol. 42, no. 1, p. 015501, Jan. 2009.
  - [26] H. Yoon, K. J. Vinoy, and V. K. Varadan, “Design and development of micromachined bilateral interdigital coplanar waveguide RF phase shifter compatible with lateral double diffused metal oxide semiconductor voltage controller on silicon,” *Smart Materials and Structures*, vol. 12, no. 5, pp. 769–775, Oct. 2003.

- [27] H. T. Su, M. J. Lancaster, F. Huang, and F. Wellhofer, “Electrically tunable superconducting quasilumped element resonator using thin-film ferroelectrics,” *Microwave and Optical Technology Letters*, vol. 24, no. 3, pp. 155–158, 2000.
- [28] D. Dimos, M. V. Raymond, R. W. Schwartz, H. N. Al-Shareef, and C. H. Mueller, “Tunability and Calculation of the Dielectric Constant of Capacitor Structures with Interdigital Electrodes,” *Journal of Electroceramics*, vol. 1, no. 2, pp. 145–153, 1997.
- [29] S. Kaushik, “Vector Fresnel equations and Airy formula for one-dimensional multilayer and surface-relief gratings,” *J. Opt. Soc. Am. A*, vol. 14, no. 3, pp. 596–609, Mar. 1997.
- [30] W. B. Weir, “Automatic measurement of complex dielectric constant and permeability at microwave frequencies,” *Proceedings of the IEEE*, vol. 62, no. 1, pp. 33–36, 1974.
- [31] A.-H. Boughriet, C. Legrand, and A. Chapoton, “Noniterative stable transmission/reflection method for low-loss material complex permittivity determination,” *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, vol. 45, no. 1, pp. 52–57, Jan. 1997.
- [32] E. Carlsson and S. Gevorgian, “Conformal mapping of the field and charge distributions in multilayered substrate CPWs,” *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, vol. 47, no. 8, pp. 1544–1552, 1999.
- [33] S. Gevorgian, *Ferroelectrics in Microwave Devices, Circuits and Systems Physics, Modeling, Fabrication and Measurements*. London: Springer London, 2009.
- [41] “MgO Magnesium Oxide Single Crystal Substrates - SPI Supplies.” <http://www.2spi.com/catalog/submat/magnesium-oxide.shtml>. [Accessed: 07-Nov-2012].
- [35] F. A. Miranda, W. L. Gordon, K. B. Bhasin, B. T. Ebihara, V. O. Heinen, and C. M. Chorey, “Complex permittivity of lanthanum aluminate in the 20 to 300 K temperature range from 26.5 TO 40.0 GHz,” *Microwave and Optical Technology Letters*, vol. 3, no. 1, pp. 11–13, 1990.
- [36] Y. Lu, A. Ziani, C. Le Paven-Thivet, R. Benzerger, L. Le Gendre, D. Fasquelle, H. Kassem, F. Tessier, V. Vigneras, J.-C. Carru, and A. Sharaiha, “Perovskite oxynitride LaTiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> thin films: Dielectric characterization in low and high frequencies,” *Thin Solid Films*, vol. 520, no. 2, pp. 778–783, 2011.
- [37] M. Ouaddari, S. Delprat, F. Vidal, M. Chaker, and Ke Wu, “Microwave characterization of ferroelectric thin-film materials,” *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, vol. 53, no. 4, pp. 1390–1397, 2005.
- [38] P. Rundqvist, A. Vorobiev, and S. Gevorgian, “Large signal circuit model of parallel-plate ferroelectric varactors,” in *Microwave Conference, 2004. 34th European*, 2004, vol. 3, pp. 1505–1508.
- [39] A. Vorobiev, D. Kuylenskierna, P. Rundqvist, and S. Gevorgian, “Broadband Microprobe Characterization of the Ferroelectric Films and Varactors,” in *Microwave Conference, 2006. 36th European*, 2006, pp. 843–846.
- [40] D09 Committee, “Test Methods for AC Loss Characteristics and Permittivity (Dielectric Constant) of Solid Electrical Insulation,” ASTM International, 2011.



## **Chapitre III**

# **COUCHES MINCES La-Ti-O-N ET DISPOSITIFS POUR LA CARACTERISATION DIELECTRIQUE BASSES ET HAUTES FREQUENCES**



<b>I.</b>	<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>101</b>
<b>II.</b>	<b>METHODES DE DEPOT DES COUCHES MINCES FERROELECTRIQUES</b>	
	<b>.....</b>	<b>101</b>
<b>II.1.</b>	<b>Dépôt chimique en phase vapeur (CVD).....</b>	<b>102</b>
<b>II.2.</b>	<b>Dépôt par solution chimique (CSD).....</b>	<b>102</b>
<b>II.3.</b>	<b>Dépôt physique en phase vapeur (PVD).....</b>	<b>102</b>
<b>III.</b>	<b>DEPOT DE COUCHES MINCES PAR PULVERISATION CATHODIQUE ....</b>	
	<b>.....</b>	<b>103</b>
<b>III.1.</b>	<b>Principe de la pulvérisation cathodique .....</b>	<b>103</b>
<b>III.2.</b>	<b>Les techniques complémentaires à la pulvérisation cathodique .....</b>	<b>105</b>
<b>III.3.</b>	<b>Dispositif de pulvérisation cathodique réactive RF magnétron utilisé.....</b>	<b>105</b>
<b>III.4.</b>	<b>Les paramètres importants pour le dépôt de couches minces par pulvérisation cathodique RF réactive .....</b>	<b>107</b>
<b>IV.</b>	<b>METHODES DE CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE DES COUCHES MINCES La-Ti-O-N.....</b>	<b>108</b>
<b>IV.1.</b>	<b>Diffraction des rayons X (XRD).....</b>	<b>108</b>
<b>IV.2.</b>	<b>Microscopie électronique à balayage (MEB) .....</b>	<b>109</b>
<b>IV.3.</b>	<b>Spectroscopie UV-Visible .....</b>	<b>109</b>
<b>V.</b>	<b>DEPOT DE COUCHES MINCES La-Ti-O-N .....</b>	<b>110</b>
<b>V.1.</b>	<b>Dépôt de films minces à partir d'une cible oxynitrure LaTiO<sub>2</sub>N.....</b>	<b>110</b>
<b>V.1.1.</b>	<b>Films oxydes conducteurs LaTiO<sub>3</sub> : lorsque aucun gaz réactif n'est utilisé .....</b>	<b>111</b>
<b>V.1.2.</b>	<b>Films oxynitrures LaTiO<sub>2</sub>N : lorsque le gaz réactif utilisé est le Ar + N<sub>2</sub> .....</b>	<b>111</b>
<b>V.1.3.</b>	<b>Films oxydes La<sub>2</sub>Ti<sub>2</sub>O<sub>7</sub> : lorsque le gaz réactif utilisé est Ar + H<sub>2</sub>O.....</b>	<b>112</b>
<b>V.2.</b>	<b>Dépôt des films à partir d'une cible oxyde La<sub>2</sub>Ti<sub>2</sub>O<sub>7</sub> .....</b>	<b>112</b>
<b>V.2.1.</b>	<b>Films oxynitrures LaTiO<sub>2</sub>N : lorsque le gaz réactif utilisé est le Ar + N<sub>2</sub> .....</b>	<b>113</b>
<b>V.2.2.</b>	<b>Films oxydes LaTiO : avec les autres gaz réactifs .....</b>	<b>113</b>
<b>VI.</b>	<b>REALISATION DES DISPOSITIFS POUR LA CARACTERISATION DIELECTRIQUE DES COUCHES MINCES La-Ti-O-N.....</b>	<b>114</b>
<b>VI.1.</b>	<b>Réalisation de circuits pour la caractérisation en basses fréquences (BF).....</b>	<b>114</b>
<b>VI.2.</b>	<b>Réalisation de circuits pour la caractérisation en hautes fréquences (HF).....</b>	<b>116</b>
<b>VI.2.1.</b>	<b>Métallisation des échantillons.....</b>	<b>116</b>
<b>VI.2.2.</b>	<b>Photomasque.....</b>	<b>117</b>
<b>VI.2.3.</b>	<b>Transfert de la géométrie du circuit sur l'échantillon par photo-lithographie .....</b>	<b>119</b>
<b>VI.2.3.1.</b>	<b>Photolithographie .....</b>	<b>120</b>
<b>VI.2.3.2.</b>	<b>Gravure chimique de la métallisation.....</b>	<b>121</b>
<b>VI.2.3.3.</b>	<b>Manipulations complémentaires .....</b>	<b>122</b>
<b>VI.2.3.4.</b>	<b>Le problème de surgravure.....</b>	<b>123</b>



<b>VI.3. Les stations de caractérisation diélectrique utilisées.....</b>	<b>123</b>
VI.3.1. Banc de mesure pour la caractérisation diélectrique en basses fréquences (BF) .....	123
VI.3.2. Bancs de mesure pour la caractérisation diélectrique en hautes fréquences (HF) .....	125
<b>VII. CONCLUSION.....</b>	<b>127</b>
<b>REFERENCE.....</b>	<b>129</b>

## I. INTRODUCTION

Dans ce chapitre, nous présenterons, tout d'abord et brièvement, les différentes méthodes généralement utilisées pour le dépôt des couches minces. Le procédé de dépôt mis en œuvre pour la croissance des couches minces La-Ti-O-N sera ensuite détaillé ainsi que les différentes méthodes de caractérisations physico-chimiques utilisées. Les différentes phases oxydes et oxynitrures du système La-Ti-O-N seront ensuite présentées. La réalisation des dispositifs pour la caractérisation diélectrique en basses et hautes fréquences sera finalement développée.

## II. METHODES DE DEPOT DES COUCHES MINCES FERROELECTRIQUES

Diverses techniques sont employées pour déposer des couches minces de haute qualité, parmi lesquelles le dépôt par ablation laser pulsé (PLD)[1], le dépôt en solution organométallique (MOD) [2], le dépôt chimique en phase vapeur (CVD) [3], le sol-gel [4], [5] et la pulvérisation cathodique [6], [7].

Les méthodes de dépôt de couches minces peuvent être classifiées selon le moyen utilisé pour la production du composé qui formera la couche (Figure III-1) :

- Processus chimique : la synthèse du composé résulte d'une réaction chimique entre différentes molécules ;
- Processus physique : une vapeur ionisée (contenant les atomes à déposer) est produite par une interaction purement physique (pulvérisation, évaporation, ...).

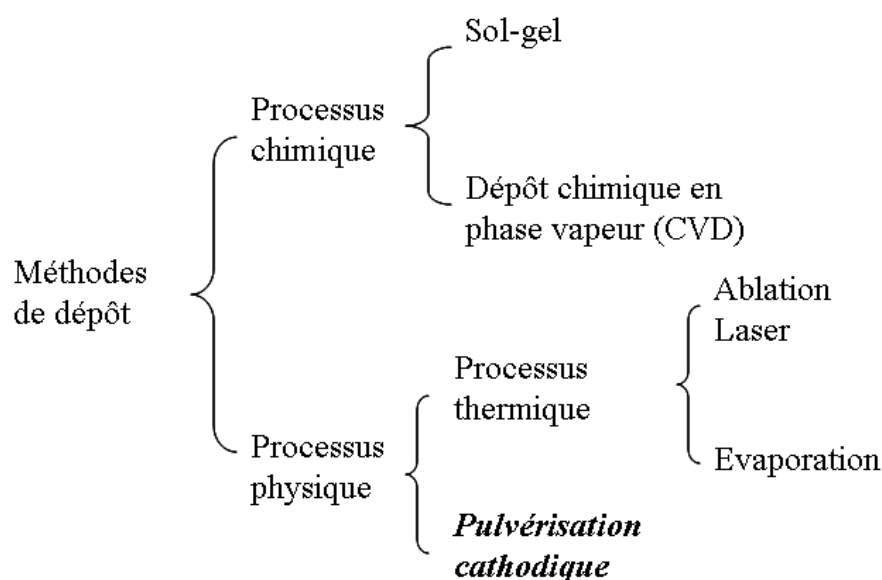


Figure III-1 - Méthodes de dépôt de couches minces

Le principe de quelques techniques de dépôt de couches minces, les plus fréquemment utilisées, est expliqué dans ce qui suit.

## II.1. Dépôt chimique en phase vapeur (CVD)

Cette méthode permet le dépôt d'un film solide à la surface d'un substrat chauffé via une ou plusieurs réactions chimiques en phase gazeuse. Les précurseurs vaporisés (qui au départ, peuvent être en phase solide, liquide, ou gazeuse) sont injectés dans un réacteur où le transport de matière est toujours effectué en phase vapeur. Pour le dépôt de couches minces ferroélectriques, la technique de CVD la plus courante est la MOCVD (*Metal-Organic CVD*) [8], où les précurseurs sont des composés organométalliques sous forme liquide ou solide (mis en solution dans un solvant approprié). La CVD peut également être assistée par un plasma (PECVD – *Plasma Enhanced CVD*), qui, en fournissant de l'énergie aux espèces incidentes, permet d'abaisser la température du substrat [9], [10]. Cette méthode est largement utilisée pour le dépôt des couches minces isolantes, diélectriques ou semi-conductrices car elle permet le dépôt sur des substrats de grande taille avec des surfaces irrégulières et également d'avoir des vitesses assez élevées. L'inconvénient de cette technique reste les hautes températures nécessaires à la réaction chimique produisant le film mince.

## II.2. Dépôt par solution chimique (CSD)

Le dépôt par solution chimique désigne un type d'élaboration de matériaux en solution à partir de précurseurs moléculaires, la méthode la plus courante étant la voie sol-gel. Celle-ci a été utilisée pour déposer des films minces ferroélectriques tels que le  $\text{KTa}_{1-x}\text{Nb}_x\text{O}_3$  [11]. Cette technique représente une approche relativement récente qui consiste à obtenir une phase solide par hydrolyse et polymérisation à température ambiante de précurseurs moléculaires en solution, suivi par un recuit thermique pour éliminer la phase organique mais aussi cristalliser la couche mince. Cette technique reste assez simple à mettre en place, mais présente un inconvénient qui est l'épaisseur limitée par "run" (typiquement quelques dizaine de nanomètres), qui nécessite donc un dépôt en plusieurs "runs" pour des couches plus épaisses.

## II.3. Dépôt physique en phase vapeur (PVD)

Le dépôt physique en phase vapeur regroupe les techniques de dépôt de couches minces suivantes : l'évaporation thermique, l'ablation laser pulsé et la pulvérisation cathodique.

- L'évaporation thermique est largement employée pour le dépôt de couches minces. Le matériau à déposer est évaporé ou sublimé dans un creuset sous vide par chauffage à haute température. La phase gazeuse obtenue est déposée par condensation sur le substrat et une couche mince croît alors sur celui-ci. C'est la méthode physique la plus simple à mettre en œuvre car il n'est pas nécessaire d'injecter de gaz pour créer un plasma. Par contre, il est difficile de déposer des matériaux réfractaires ou à faible tension de vapeur. Elle ne permet pas une maîtrise facile de la composition chimique, elle est donc souvent utilisée pour des dépôts métalliques simples.

- L'ablation laser pulsé (PLD – *Pulsed Laser Deposition*), consiste à irradier le matériau-cible par un faisceau laser focalisé (laser excimère le plus souvent). Lors de cette interaction, le matériau cible est vaporisé sous forme de plasma qui se condense à la surface d'un substrat

souvent chauffé [12], [13]. Cette méthode présente l'avantage de ne nécessiter aucune source thermique polluante à l'intérieur de l'enceinte, ce qui est un avantage très significatif pour les dépôts effectués dans un environnement ultravide. Par contre, elle est souvent limitée par la faible taille des échantillons et par le problème de formation de gouttelettes à leurs surfaces [14].

- La pulvérisation cathodique est la technique utilisée pour le dépôt des matériaux La-Ti-O-N, elle est détaillée dans le paragraphe suivant.

### III. DEPOT DE COUCHES MINCES PAR PULVERISATION CATHODIQUE

#### III.1. Principe de la pulvérisation cathodique

La pulvérisation cathodique continue est un procédé de dépôt sous vide ou dans un gaz maintenu à pression réduite. Cette technique permet le dépôt de matériaux conducteurs, simples ou composés, sur tous types de substrats. Elle consiste à bombarder le matériau à déposer par des particules ionisées et énergétiques d'un gaz rare (généralement l'argon) afin d'éjecter les particules de la cible. Ces dernières viennent se déposer sur un substrat afin de former la couche mince.

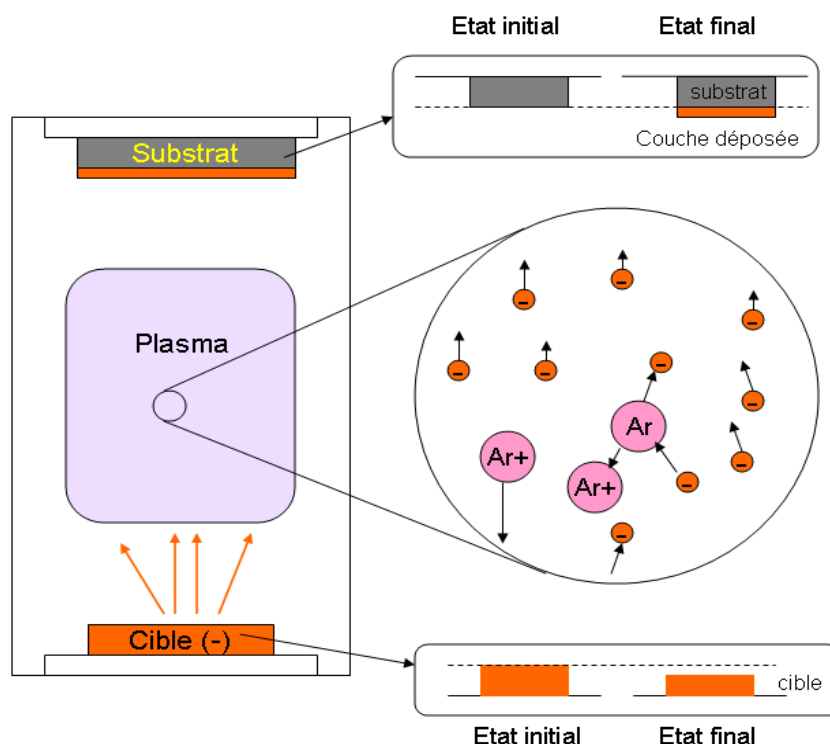


Figure III-2 - Schéma du principe de croissance de couches minces par pulvérisation cathodique

Le mécanisme de la pulvérisation cathodique est illustré dans la Figure III-2 et peut être expliqué, en distinguant plusieurs étapes :

- *Génération du plasma du gaz de pulvérisation :*

Le plasma de pulvérisation est créé en appliquant une différence de potentiel entre deux électrodes maintenues sous pression réduite du gaz de pulvérisation. L'une des électrodes, l'anode, est constituée des murs de la chambre et du substrat, qui sont reliés à la masse. L'autre électrode, la cathode, est constituée de la cible à pulvériser.

Dans l'état initial, statistiquement, il y a toujours quelques électrons libres présents dans le gaz de la chambre. A cause de la différence de potentiel appliquée, ils subissent des collisions avec les espèces neutres du gaz, et créent des ions et des électrons, et par la suite un plasma par effet d'avalanche. Une fraction des ions arrivant à la cathode provoque une émission d'électrons secondaires qui à leur tour provoquent une ionisation des espèces neutres. Lorsque la tension entre les électrodes permet au nombre d'électrons secondaires émis d'être égal au nombre d'ions produits, le plasma s'auto-entretient.

- *Le bombardement et la pulvérisation de la cible :*

Les ions gazeux ( $\text{Ar}^+$ ) sont attirés par la cathode polarisée négativement. Ils provoquent, par collision mécanique, l'émission des électrons secondaires et surtout l'éjection de la matière de la cible (Figure III-3). Ces espèces vont alors se propager dans l'enceinte, notamment vers le substrat placé en regard de la cible. Sur leur trajet, ils vont subir à leur tour, des multitudes de collisions.

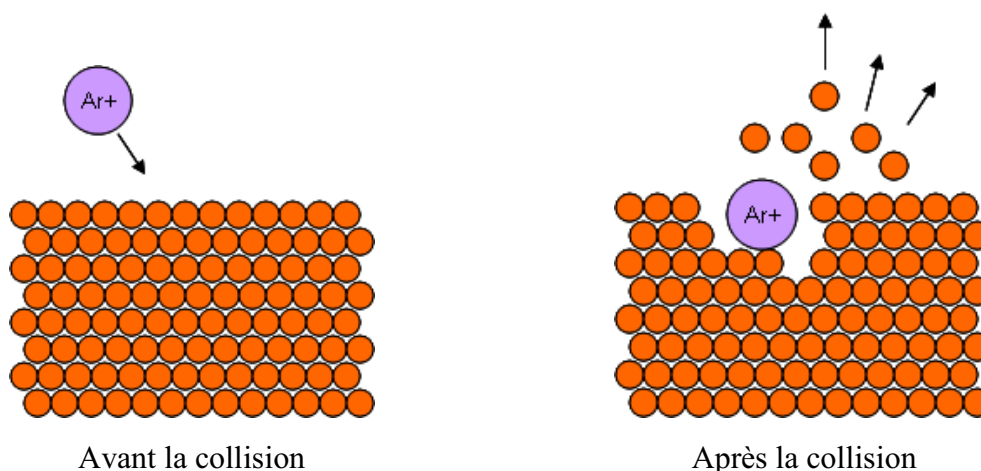


Figure III-3 - Schéma du mécanisme de collision lors de la pulvérisation cathodique

- *Formation de la couche mince :*

Les espèces pulvérisées se déposent sur le substrat, et leur condensation permet la formation de la couche mince. La cristallisation de celle-ci dépend de plusieurs paramètres de dépôt (pression, puissance, ...) ainsi que du substrat utilisé et de sa température.

## III.2. Les techniques complémentaires à la pulvérisation cathodique

Pour améliorer la vitesse de dépôt et la qualité des couches minces déposées et ainsi perfectionner la technologie de dépôt par pulvérisation, plusieurs techniques complémentaires sont utilisées :

- a. *Pulvérisation Radio-Fréquence* : La pulvérisation cathodique en mode continu de cibles isolantes ou faiblement conductrices provoque, contrairement à la pulvérisation de cibles conductrices, une polarisation positive sur la cible. En effet, les ions  $\text{Ar}^+$  s'accumulent sur la surface de la cible et comme la cible est isolante, ils ne sont donc pas écoulés dans le circuit électrique du bâti. Ce phénomène perturbe le processus d'auto-entretien du plasma qui finit par s'éteindre. Pour éviter ce phénomène, un courant alternatif est appliqué, qui va alterner la polarité de la cible du négatif au positif, afin d'évacuer les charges positives accumulées. La fréquence RF utilisée est de 13,56 MHz.
- b. *Effet magnétron* : L'utilisation d'une cathode magnétron perfectionne la cathode conventionnelle en permettant d'augmenter la vitesse de dépôt grâce à un champ magnétique intense perpendiculaire au champ électrique.

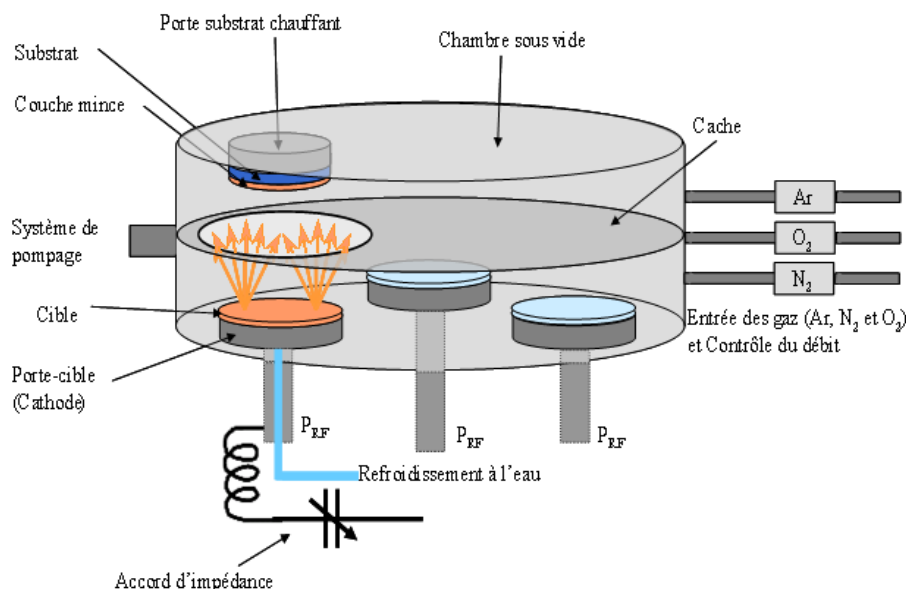
Lors de la pulvérisation, la présence d'un champ magnétique, généré par les aimants du magnétron installés sous la cible et parallèlement à sa surface, permet d'augmenter la durée de présence des électrons près de la cible. Ce confinement d'électrons augmente la quantité d'espèces ionisées, responsable directe de la pulvérisation. En conséquence, ceci engendre une augmentation du taux de pulvérisation et donc une augmentation de la vitesse de dépôt [15]. De nombreuses géométries du magnétron sont possibles, dans notre cas, nous disposons d'un magnétron plan circulaire.

- c. *Pulvérisation en mode réactif* : Comme il est inerte, l'argon introduit dans le plasma ne participe pas à la composition chimique de la couche mince obtenue. L'introduction d'un autre élément chimique dans le plasma, peut être réalisée en injectant dans l'enceinte réactionnelle un mélange gazeux réactif ( $\text{Ar} + \text{N}_2$  ou  $\text{Ar} + \text{O}_2$ , ...). Ce paramètre supplémentaire permet d'ajuster ou de modifier la composition anionique de la couche déposée. L'utilisation de ce procédé impose un contrôle très rigoureux du débit des gaz introduits car les conditions de la pulvérisation dépendent très fortement de la pression partielle du gaz réactif [15].

## III.3. Dispositif de pulvérisation cathodique réactive RF magnétron utilisé

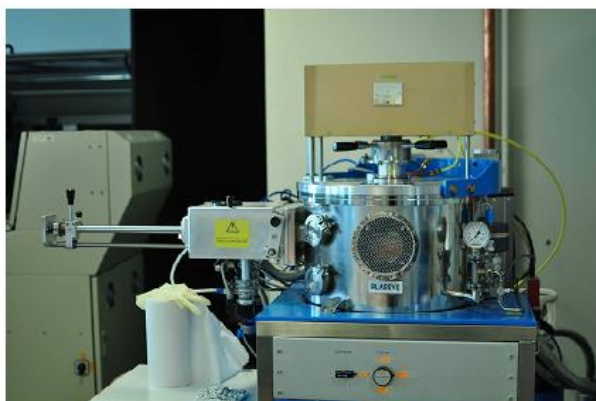
Le système de pulvérisation cathodique RF magnétron utilisé pour le dépôt des couches minces La-Ti-O-N se compose d'une chambre de croissance sous vide, d'un système de pompage (primaire et secondaire), de plusieurs cibles à pulvériser, d'un générateur de puissance RF et de différentes sources de gaz ( $\text{Ar}$ ,  $\text{N}_2$  et  $\text{O}_2$ ) comme illustré en Figure III-4.

La chambre de dépôt dispose d'un sas qui permet d'introduire les substrats sans remise à l'air de la chambre. Un système de pompage constitué de deux pompes (une pompe primaire et une pompe turbomoléculaire), permet de contrôler la pression dans l'enceinte. Une autre pompe primaire permet de contrôler la pression nécessaire dans le sas ( $10^{-1}$  mbar = 10 Pa) avant le transfert du substrat vers la chambre de dépôt. Le vide limite, avant introduction des gaz dans la chambre, est inférieur à  $5.10^{-7}$  mbar ( $5.10^{-5}$  Pa). Les pressions dans l'enceinte de dépôt et dans le sas de transfert sont mesurées grâce à un ensemble de jauges.



**Figure III-4 - Schéma du dispositif de pulvérisation cathodique RF magnétron de l'IETR installé au département SGM de l'IUT de Saint Brieuc**

L'enceinte utilisée pour le dépôt des couches minces par pulvérisation radiofréquence magnétron est de marque Plassys (MP 450S) (Figure III-5).



(a)



(b)

**Figure III-5 – Dispositif de dépôt par pulvérisation cathodique RF réactive de l'IETR installé à l'IUT de Saint Brieuc (a) enceinte de dépôt, (b) interface de contrôle**



### **III.4. Les paramètres importants pour le dépôt de couches minces par pulvérisation cathodique RF réactive**

Les différents paramètres de dépôt par pulvérisation interviennent sur la qualité des films et donc sur leurs propriétés et caractéristiques. Les principaux paramètres ajustables et leur impact sur les couches minces sont présentés brièvement dans ce qui suit.

Le premier paramètre important est la pression totale dans l'enceinte. Ce paramètre contrôle le plasma et donc les collisions entre les différentes particules, l'énergie des espèces incidentes sur la cible ainsi que l'énergie des espèces au niveau du substrat. Ces différents éléments jouent un rôle important sur la vitesse du dépôt, sur l'adhérence et aussi sur la cristallisation des films [15].

Si le gaz utilisé est réactif, la pression partielle de ce gaz réactif introduit va également contrôler la composition finale du film déposé [15].

Le second paramètre important de la pulvérisation cathodique radiofréquence est la puissance RF utilisée. Cette dernière maîtrise l'ionisation ainsi que l'énergie des espèces du plasma et va donc avoir une incidence directe sur la vitesse de dépôt ainsi que sur la cristallisation de ce dernier [15].

Un autre paramètre à prendre en considération est la température du substrat. Cette température a une influence importante sur la cristallisation de la couche mince. La cristallisation est également dépendante du substrat utilisé. En effet, quelle que soit la procédure employée pour le dépôt, les propriétés de la couche mince sont fortement influencées par les paramètres de dépôt mais aussi par la nature du substrat. Ainsi une couche mince d'un même matériau, d'une même épaisseur et déposée dans les mêmes conditions de travail, peut avoir une cristallisation différente selon qu'elle ait été déposée sur un substrat amorphe ou sur un substrat monocristallin (par exemple  $\text{SrTiO}_3$ ,  $\text{MgO}$ , ...) [16].

L'épaisseur du film quant à elle est généralement maîtrisée par la variation de la durée de dépôt. Mais il faut noter ici que la vitesse de dépôt est fonction du matériau déposé et varie en fonction des autres paramètres de dépôt cités plus haut. Ainsi, pour chaque dépôt sous conditions différentes, une estimation de l'épaisseur est effectuée et est vérifiée par la suite par une mesure au microscope électronique à balayage sur l'échantillon (Paragraphe III.5.2).

Durant cette thèse, les films La-Ti-O-N ont été déposés par pulvérisation cathodique à partir de deux cibles de compositions différentes : une cible oxyde et une cible oxynitride. Ces cibles ont été réalisées par simple compactage de poudres en utilisant une pastilleuse uniaxiale (de marque Graseby / Specac). Les poudres ont été synthétisées à l'ISRC (Institut de Sciences Chimiques de Rennes) de l'Université de Rennes 1 par l'équipe du Dr. Franck Tessier.

Les deux cibles utilisées possèdent les compositions stœchiométriques suivantes :

- Oxyde :  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  (de couleur blanche)
- Oxynitride :  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  (de couleur orange)



La Figure III-6 montre les photos des cibles placées sur leurs supports avant leur introduction dans le bâti de pulvérisation.



**Figure III-6 - Photos des cibles utilisées pour le dépôt des couches minces La-Ti-O-N (a) oxyde  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  (b) oxynitride  $\text{LaTiO}_2\text{N}$**

Dans le tableau qui suit, sont regroupés les différents paramètres de dépôt utilisés pour la réalisation des couches minces La-Ti-O-N utilisées pour cette étude.

Vide limite du bâti	$< 5.10^{-7}$ mbar ( $5.10^{-5}$ Pa)
Pression totale ( $P_T$ )	0,01 à 0,035 mbar (1 à 3,5 Pa)
Température du substrat ( $T_s$ )	25 à 900 °C
Diamètre des cibles	75 mm
Puissance RF ( $P_{RF}$ )	30 à 100 W
Nature du gaz réactif	$\text{O}_2$ , $\text{N}_2$ et $\text{H}_2\text{O}$
Pourcentage du gaz réactif	0 à 50 %
Temps de pré-pulvérisation de la cible	40 min
Temps de dépôt	Variable suivant épaisseur

**Tableau III-1 – Les différents paramètres utilisés pour le dépôt des couches minces La-Ti-O-N**

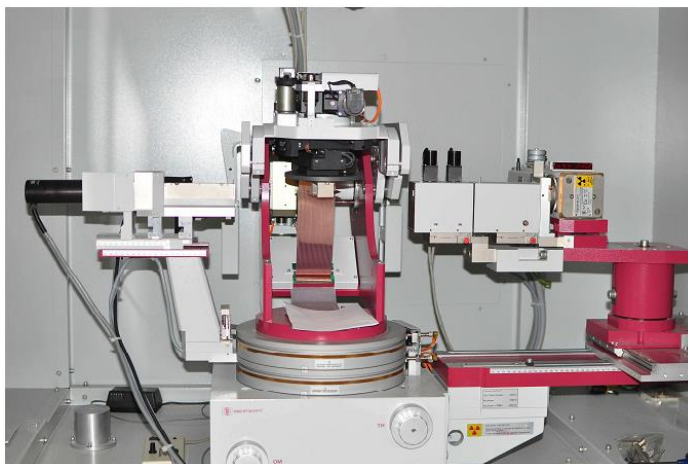
## IV. METHODES DE CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE DES COUCHES MINCES La-Ti-O-N

Nous présenterons ici très rapidement les techniques utilisées pour analyser les caractéristiques physico-chimiques des films minces La-Ti-O-N. Le détail de ces techniques pourra être examiné en détail dans de nombreux ouvrages, en particulier [17]–[20].

### IV.1. Diffraction des rayons X (XRD)

La diffraction des rayons X permet de caractériser l'état cristallin des couches minces. Ceci permet d'identifier les phases présentes dans les couches, de déterminer l'orientation des cristaux ainsi que les paramètres de maille [20]. Le dispositif utilisé lors de cette étude est un

diffractomètre Seifert XRD 3003.



**Figure III-7 – Photo du Diffractomètre de Rayons X (DRX), Seifert XRD 3003, installé au département SGM de l'IUT de Saint Brieuc**

## **IV.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)**

Le phénomène physique à la base de la microscopie électronique à balayage est l'interaction entre un faisceau d'électrons incidents et les électrons et les noyaux des atomes constitutifs de l'échantillon à analyser [20]. Cette technique nous permet d'observer la morphologie de surface des films et de mesurer les épaisseurs de ces derniers.

Le MEB utilisé lors de cette étude est un microscope JEOL JSM 5600. Cette station MEB permet également de réaliser la spectrométrie à dispersion d'énergie (EDS), pour la microanalyse de composition chimique des échantillons.



**Figure III-8 - Photo du Microscope électronique à balayage (MEB) JEOL JSM 5600 installé au département SGM de l'IUT de Saint Brieuc**

## **IV.3. Spectroscopie UV-Visible**

Cette méthode permet la mesure de la transmittance optique du matériau et la détermination de l'énergie du band-gap ( $E_g$ ) de la couche mince. Cette mesure est réalisée grâce à un spectrophotomètre Perkin Elmer Lambda 20. La mesure est effectuée dans la

gamme de longueur d'onde comprise entre 200 et 1100 nm, c'est-à-dire dans le proche UV, dans le visible et dans le proche infrarouge.



**Figure III-9 – Photo du spectromètre UV-Visible Perkin-Elmer Lambda 20 installé au département SGM de l'IUT de Saint Briec**

## **V. DEPOT DE COUCHES MINCES La-Ti-O-N**

Le dépôt des couches minces La-Ti-O-N a été réalisé dans l'équipe « Matériaux Fonctionnels » du département « Antennes et Dispositifs Hyperfréquences » de l'IETR installée au département Science et Génie des Matériaux à l'IUT de Saint Briec. Ces dépôts ont été réalisés par M. Yu LU dans le cadre de sa thèse intitulée "Nouveau matériaux pour antennes miniatures agiles en fréquence : synthèse et caractérisation diélectrique de films minces oxynitrures" soutenue le 25 octobre 2012 [21].

Le but de nos travaux étant la caractérisation diélectrique des films La-Ti-O-N et l'étude de leur intégration dans des dispositifs antennaires, les détails concernant les conditions utilisées pour les dépôts par pulvérisation, ainsi que les différentes compositions et cristallisations des films minces obtenus, seront trouvées dans l'annexe 1 et dans le manuscrit de thèse de M. Yu LU [21]. Néanmoins, nous présenterons dans le paragraphe suivant les différentes phases qui ont pu être obtenues et qui seront caractérisées dans le chapitre suivant.

Les différents films utilisés dans ce travail ont été déposés par pulvérisation cathodique à partir de deux cibles différentes (oxyde  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  et oxynitrure  $\text{LaTiO}_2\text{N}$ ) en présence de différents gaz réactifs ( $\text{O}_2$ ,  $\text{N}_2$  et  $\text{H}_2\text{O}$ ) dans le but d'obtenir des couches minces de composition et de cristallisation différentes allant de l'oxyde à l'oxynitrure. Les films déposés à partir de la cible oxynitrure sont notés LTON- $n^\circ$ , les films déposés à partir de la cible oxyde sont notés LTO- $n^\circ$ .

### **V.1. Dépôt de films minces à partir d'une cible oxynitrure $\text{LaTiO}_2\text{N}$**

Selon la proportion et la nature du gaz réactif utilisé, trois types de films sont obtenus, que nous présenterons maintenant.

### V.1.1. Films oxydes conducteurs $\text{LaTiO}_3$ : lorsque aucun gaz réactif n'est utilisé

Lorsque le dépôt s'effectue sous argon pur (gaz pulvérisateur), la phase déposée est celle de l'oxyde  $\text{LaTiO}_3$ . Cette phase conductrice est caractérisée par sa couleur noire (Figure III-10a). Elle a été identifiée, en plus de sa couleur, grâce à sa faible résistance électrique (de quelques  $\text{k}\Omega$ ) et grâce à son diagramme de rayons X, qui montre des pics clairement indexés avec la fiche JCPDS du composé  $\text{LaTiO}_3$  (fiche JCPDS n° 84-1089).

Ces films  $\text{LaTiO}_3$  n'ont pas été utilisés pour cette thèse à cause de leur caractère conducteur.

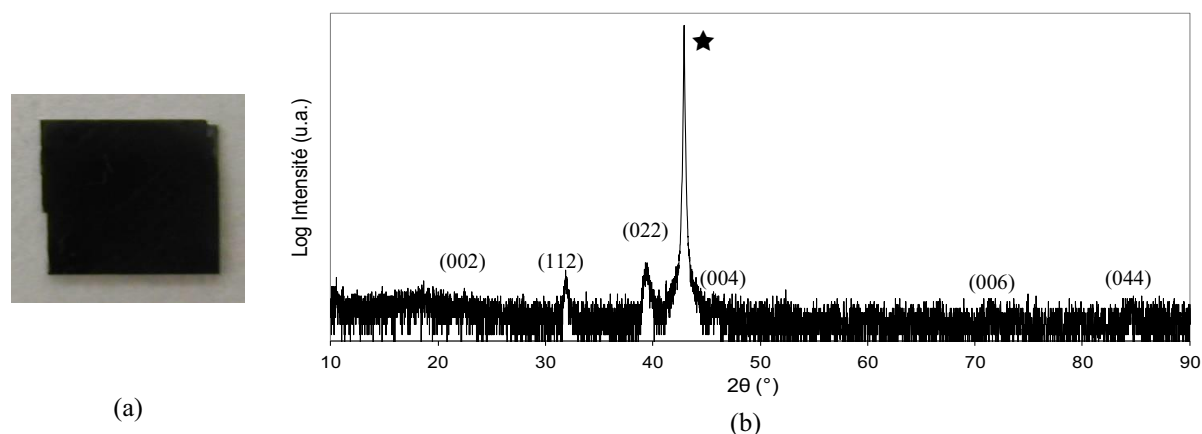
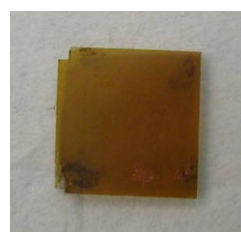


Figure III-10 - Photo d'une couche mince  $\text{LaTiO}_3$  (a) et diagramme de diffraction des rayons X de la couche (b) du LTON-555 (★ substrat  $\text{MgO}$ )

### V.1.2. Films oxynitrures $\text{LaTiO}_2\text{N}$ : lorsque le gaz réactif utilisé est le $\text{Ar} + \text{N}_2$

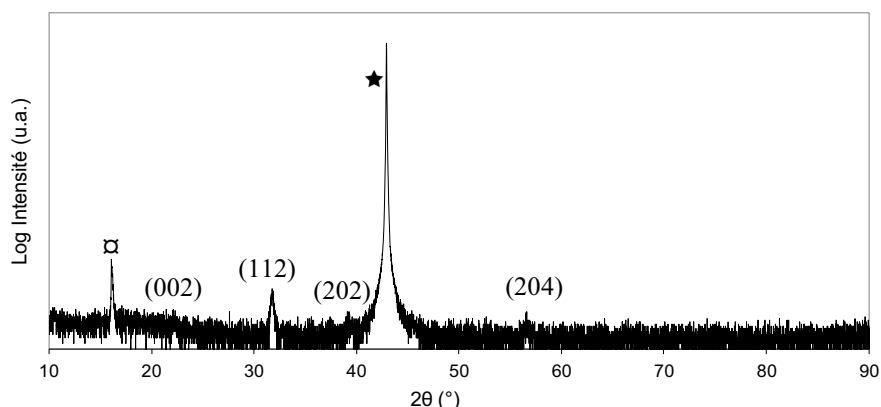
Le dépôt des couches minces par pulvérisation cathodique d'une cible oxynitride sous atmosphère  $\text{Ar} + \text{N}_2$  conduit, et cela quelle que soit la proportion du gaz  $\text{N}_2$  utilisée, à la croissance de la phase  $\text{LaTiO}_2\text{N}$ . Cette phase est caractérisée par sa couleur orange (Figure III-11a). Elle a été identifiée grâce au diagramme de diffraction des rayons X (un exemple est montré Figure III-11b), où les pics de diffraction sont tous indexés selon la fiche JCPDS de  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  (fiche JCPDS n° 48-1230). Il faut noter ici, qu'un écart à la composition stœchiométrique (20 %) a souvent été détecté lors de l'analyse EDS (paragraphe IV.2) de ces films [21], mais cette caractérisation n'a pas permis de quantifier précisément cet écart.

Il faut noter aussi que les films  $\text{LaTiO}_x\text{N}_y$  (phase très peu azotée) n'ont pas pu être obtenus durant la thèse de Yu LU [21]. En effet, quel que soit le pourcentage d'azote dans le plasma de pulvérisation utilisé (%  $\text{N}_2$ ), le pourcentage d'azote dans le film déposé (% N) se retrouvait aux alentours de 20 % correspondant à la composition stœchiométrique du composé  $\text{LaTiO}_2\text{N}$ .



$E_g = 2,4 \text{ eV}$

(a)



(b)

Figure III-11 - Photo d'une couche mince  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  et band de gap associé (a) et diagramme de diffraction des rayons X de la couche (b) du LTON-567 (★ substrat  $\text{MgO}$ ,  $\alpha$  porte-échantillon)

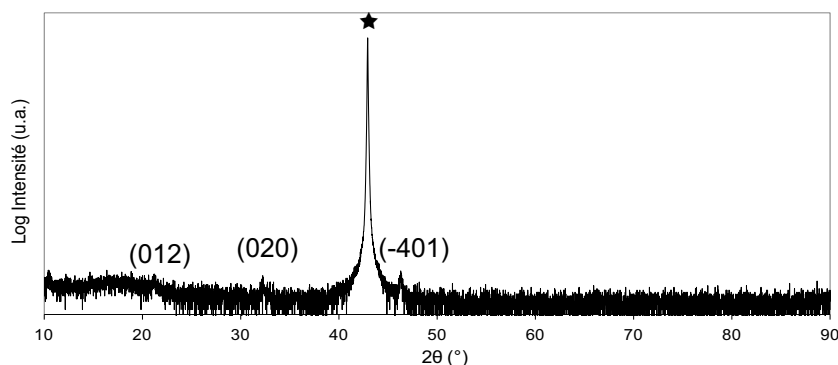
### V.1.3. Films oxydes $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ : lorsque le gaz réactif utilisé est $\text{Ar} + \text{H}_2\text{O}$

En présence de vapeur d'eau dans la chambre de dépôt, la pulvérisation de la cible oxynitride induit la croissance de la phase oxyde  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ . Cette phase oxyde est isolante, avec une résistance électrique de plusieurs  $\text{M}\Omega$ . Contrairement à l'oxynitride et à l'oxyde  $\text{LaTiO}_3$ ,  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  est transparent (Figure III-12a). La caractérisation par diffraction des rayons X a permis d'identifier clairement cette phase selon la fiche JCPDS de  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  (fiche JCPDS n° 81-1066).



$E_g = 4,1 \text{ eV}$

(a)



(b)

Figure III-12 - Photo d'une couche mince  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  et band de gap associé (a) et diagramme de diffraction des rayons X de la couche (b) du LTON-552 (★ substrat  $\text{MgO}$ )

## V.2. Dépôt des films à partir d'une cible oxyde $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$

Les travaux de Yu LU [21] ont montré que le dépôt à partir de cette cible conduit à deux phases différentes suivant le gaz réactif utilisé.

### V.2.1. Films oxynitrures $\text{LaTiO}_2\text{N}$ : lorsque le gaz réactif utilisé est le $\text{Ar} + \text{N}_2$

Lorsque le pourcentage du gaz  $\text{N}_2$  dans le plasma est suffisant (supérieur à 5 %), la phase obtenue à partir de la pulvérisation d'une cible  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  est celle de l'oxynitride  $\text{LaTiO}_2\text{N}$ .

La Figure III-13 montre un exemple de résultat de film  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  obtenu à partir de la cible oxyde. Cette phase est identique à celle obtenue précédemment avec une cible oxynitride, comme l'atteste les diffractogrammes des rayons X (Figure III-11b et Figure III-13b)

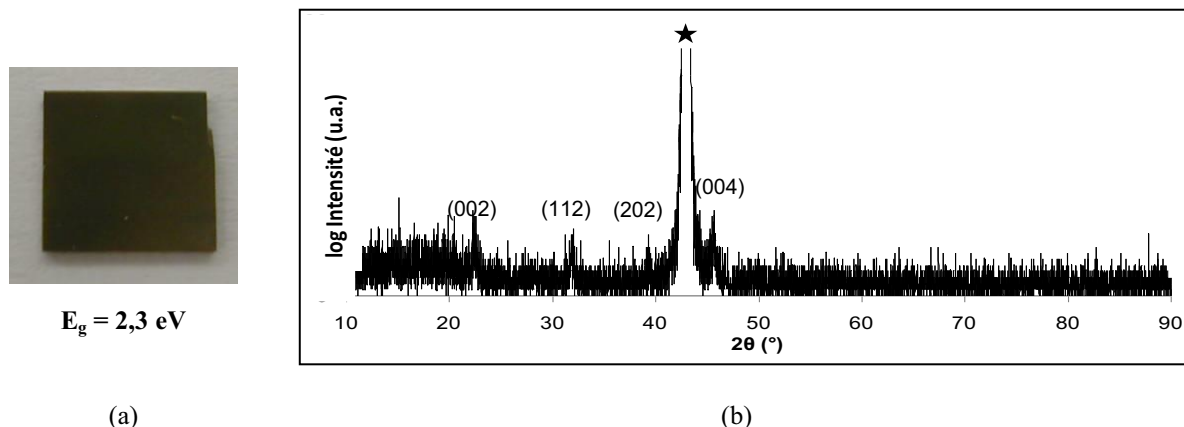


Figure III-13 - Photo d'une couche mince  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  et band de gap associé (a) et diagramme de diffraction des rayons X de la couche (b) du LTO-102 (★ substrat  $\text{MgO}$ )

### V.2.2. Films oxydes $\text{LaTiO}$ : avec les autres gaz réactifs

Lors du dépôt à partir d'une cible oxyde, sous argon pur ou en présence de  $\text{O}_2$ , la phase obtenue est un oxyde transparent (Figure III-14a) et isolant. Il ne correspond pas au composé identifié précédemment, notamment ses pics de diffraction expérimentaux ne correspondent pas à ceux de la fiche JCPDS de  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ . Plusieurs hypothèses ont été émises afin d'identifier cette nouvelle phase (voir thèse de Y. LU pour plus de détails : [21]). Nous noterons cette phase  $\text{LaTiO}$  et l'identifierons à une maille cristalline de symétrie orthorhombique pour l'indexation des pics de diffraction (Figure III-14b).

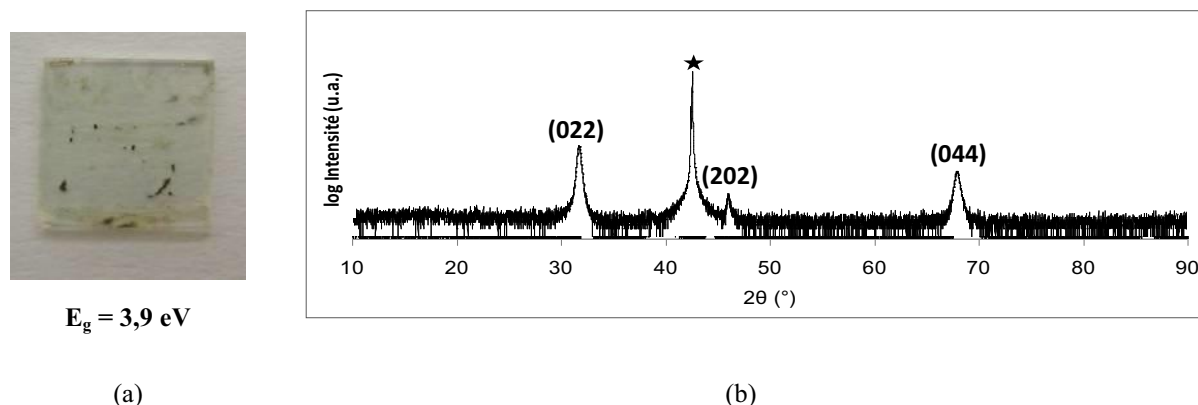


Figure III-14 - Photo d'une couche mince  $\text{LaTiO}$  et band de gap associé (a) et diagramme de diffraction des rayons X de la couche (b) du LTO-119 (★ substrat  $\text{MgO}$ )



## VI. REALISATION DES DISPOSITIFS POUR LA CARACTERISATION DIELECTRIQUE DES COUCHES MINCES La-Ti-O-N

Pour les différentes caractérisations diélectriques réalisées lors de cette thèse, plusieurs dispositifs ont été nécessaires. La caractérisation en basses fréquences a nécessité des dispositifs MIM (Métal-Isolant-Métal) standard, alors que pour la caractérisation en hautes fréquences, des dispositifs coplanaires ainsi que d'autres structures MIM ont été réalisés.

### VI.1. Réalisation de circuits pour la caractérisation en basses fréquences (BF)

Pour cette caractérisation réalisée sur une gamme de fréquence s'étalant de 10 kHz à 100 kHz, des films minces La-Ti-O-N déposés sur des substrats conducteurs (Nb:STO, Pt/MgO, Pt/STO et Pt/Si) ont été utilisés pour la réalisation de la capacité MIM. Le substrat conducteur constitue l'électrode inférieure du condensateur, la couche La-Ti-O-N est le matériau diélectrique isolant, et l'électrode supérieure est formée par des plots métalliques de différents diamètres (Figure III-15).

Les plots métalliques supérieurs sont déposés, à travers un masque rigide, par pulvérisation cathodique RF (Paragraphe III.3). Cette métallisation est formée d'une couche d'argent de 200 nm d'épaisseur. La métallisation par argent a été choisie pour la forte conductivité électrique de ce métal ( $\sigma \sim 6.10^7$  S/m). Le masque rigide en laiton utilisé pour le dépôt comporte plusieurs ouvertures de diamètres allant de 230 à 430  $\mu\text{m}$  ce qui permet d'obtenir des plots d'argent de diamètre allant de 250 à 450  $\mu\text{m}$ . Une pré-pulvérisation, qui consiste à pulvériser la cible en absence du substrat, est réalisée avant chaque dépôt de film afin de décontaminer la cible.

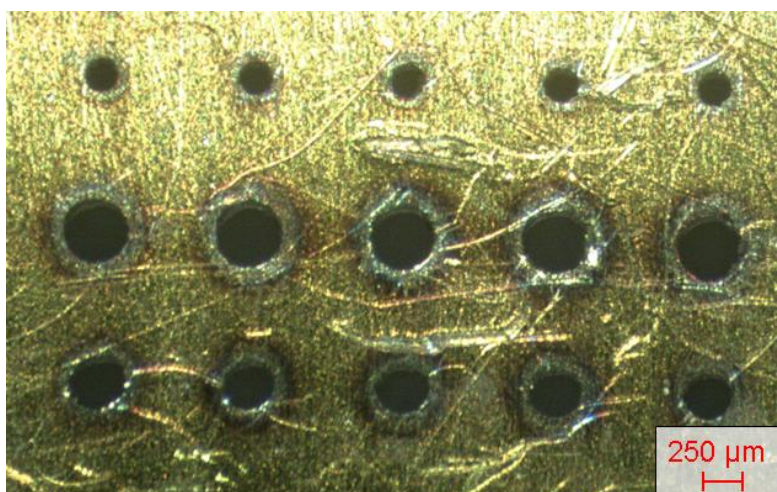


Figure III-15 - Masque utilisé pour la réalisation des plots pour la caractérisation MIM en basses fréquences

Les conditions de dépôt utilisées pour la réalisation des plots d'argent sont résumées dans le tableau III-3 :

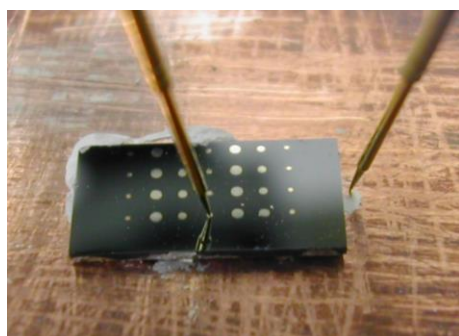
Vide limite du bâti	$< 5.10^{-7}$ mbar ( $5.10^{-5}$ Pa)
Pression de travail (Ar)	0,010 mbar (1 Pa)
Débit d'Ar	115 cm <sup>3</sup> /s
Puissance RF	150 W
Température de dépôt	Température ambiante ( $\sim 20^{\circ}\text{C}$ )
Temps de pré-pulvérisation de la cible Ag	5 min
Vitesses de dépôt de l'argent	146 nm / min
Temps de dépôt	1 min 22 s
Epaisseur d'argent déposée	200 nm

**Tableau III-2 - Conditions de dépôt des plots d'argent par pulvérisation cathodique RF pour la réalisation de la structure MIM (BF)**

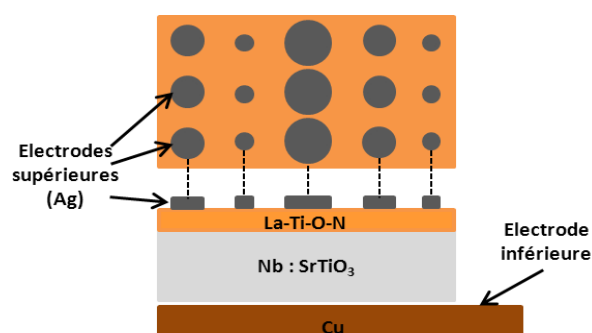
Les Figure III-16 et Figure III-17 montrent le schéma de principe de la caractérisation diélectrique en basses fréquences par pont RLC [22].

Le contact avec l'électrode inférieure peut se faire de deux façons différentes suivant le substrat conducteur utilisé :

- Grâce à un contact avec une plaque de cuivre sur laquelle est collé à la laque d'argent le substrat conducteur Nb : SrTiO<sub>3</sub> (Figure III-16).
- Grâce à un plot de laque d'argent déposé préalablement sur le substrat platiné : Pt / SrTiO<sub>3</sub>, Pt/MgO, Pt/Si (Figure III-17).



(a)



(b)

**Figure III-16 – (a) Photo d'un échantillon comportant différentes capacités MIM (BF) et (b) Schéma de capacité MIM (BF), avec un substrat Nb:SrTiO<sub>3</sub>**



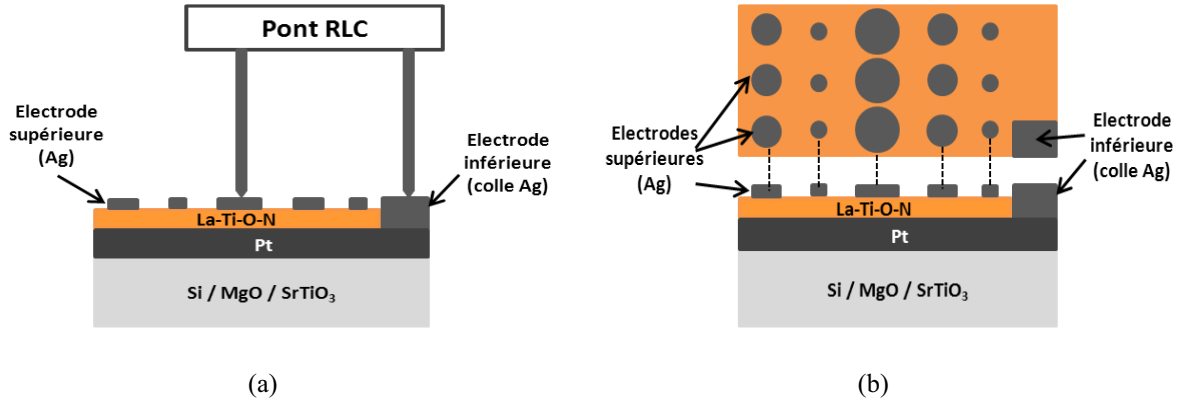


Figure III-17 - (a) Schéma du principe de la mesure de capacité MIM (BF) et (b) Schéma de capacité MIM (BF), avec un substrat platiné (Pt/Si-MgO-STO)

## VI.2. Réalisation de circuits pour la caractérisation en hautes fréquences (HF)

Pour la caractérisation en hautes fréquences (de 0,1 GHz à 20 GHz), deux types de dispositifs ont été réalisés : des dispositifs coplanaires (lignes CPW et résonateurs à stub) et des condensateurs MIM. Il faut rappeler ici que les dispositifs coplanaires sont réalisés sur un substrat isolant (MgO dans notre cas) et que les dispositifs MIM (pour la caractérisation en hautes ou basses fréquences) sont réalisés sur des substrats conducteurs (Nb : SrTiO<sub>3</sub>, Pt/MgO, Pt/SrTiO<sub>3</sub> et Pt/Si).

Pour la réalisation de ces différents dispositifs, nous avons utilisé un procédé de fabrication de circuits par photo-lithographie mis au point à l'IUT de Saint Briec par le Dr Xavier Castel de l'équipe "Matériaux Fonctionnels (MF)" de l'IETR. Ce procédé se déroule en deux étapes principales : la photolithographie qui consiste à transférer le motif géométrique d'un masque sur une couche de résine photosensible déposée à la surface de l'échantillon, et la gravure chimique qui permet de réaliser le motif de la résine sur l'échantillon.

### VI.2.1. Métallisation des échantillons

La métallisation des échantillons est réalisée par pulvérisation cathodique RF, directement sur les couches minces La-Ti-O-N déposées sur différents substrats isolants ou conducteurs. Cette métallisation est constituée d'une couche d'accroche de 5 nm de titane pour garantir une meilleure adhérence de la couche métallique, puis d'une couche d'argent de 2  $\mu\text{m}$  (Figure III-18). Cette épaisseur métallique a été choisie pour éviter les pertes par effet de peau. Elle correspond ici à 3 fois l'épaisseur de peau à la fréquence de 10 GHz (épaisseur de peau pour l'argent est de  $\delta = 0,64 \mu\text{m}$  à 10 GHz, Equation 3.1).

$$\delta_s = \sqrt{\frac{1}{\sigma \pi f \mu_0 \mu_r}} \quad (3.1)$$

Où :

$\delta_s$ , épaisseur de peau ;

$\sigma$ , conductivité électrique de l'argent ;

$\mu_0$ , perméabilité du vide ;

$\mu_r$ , est la perméabilité relative de l'argent.

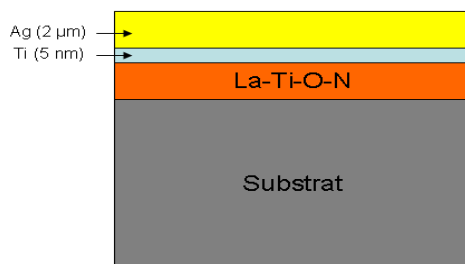


Figure III-18 – Empilement des différentes couches avant la procédure de photo-lithographie

Les conditions du dépôt métallique sont résumées dans le tableau qui suit :

Vide limite du bâti	$< 5.10^{-7}$ mbar ( $5.10^{-5}$ Pa)
Pression de travail (Ar)	0,010 mbar (1 Pa)
Débit d'Ar	115 cm <sup>3</sup> /s
Puissance RF	150 W
Température de dépôt	Température ambiante ( $\sim 20^{\circ}\text{C}$ )
Temps de pré-pulvérisation	Ti : 2 min Ag : 5 min
Vitesses de dépôt	Ti : 19 nm / min Ag : 146 nm / min
Temps de dépôt	Ti : 16 s Ag : 13 min 40 s
Epaisseurs déposées	Ti : 5 nm Ag : 2 $\mu\text{m}$

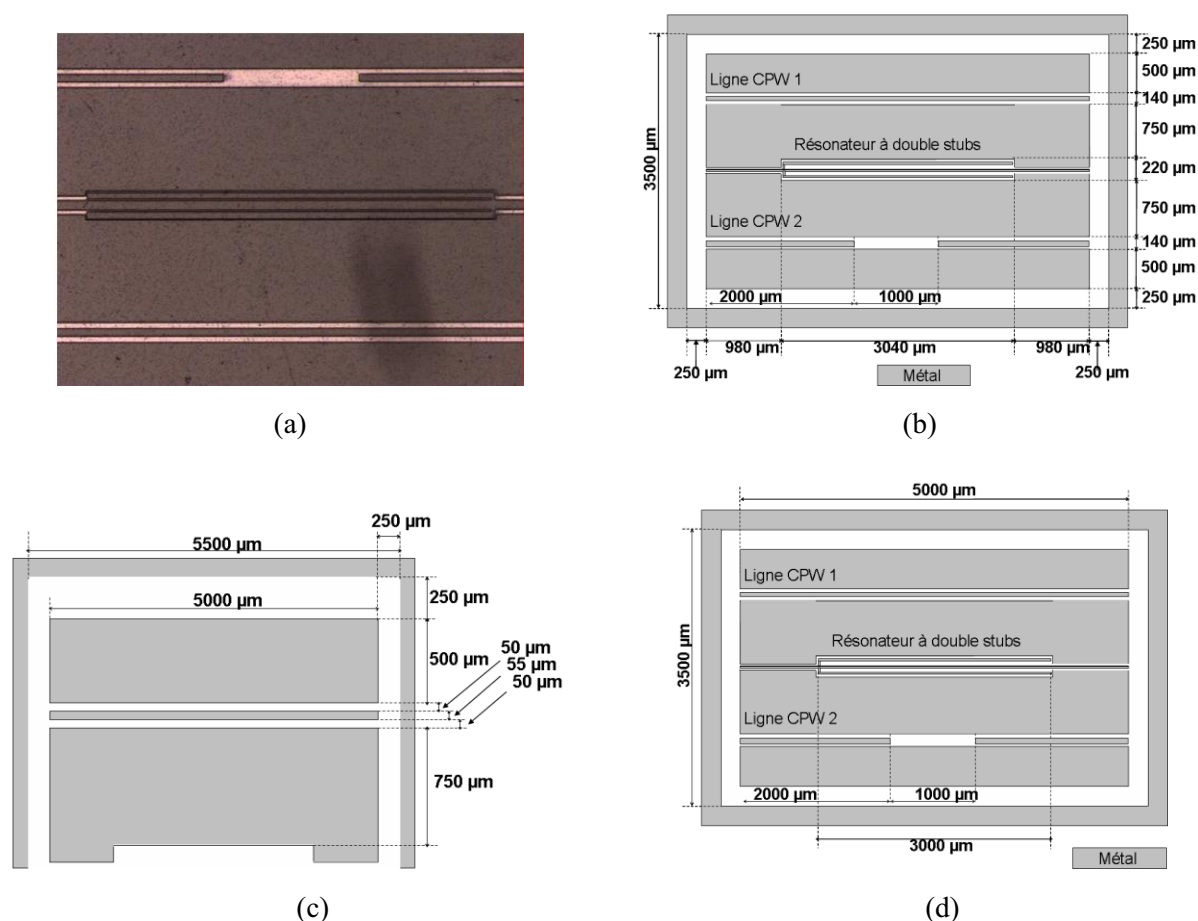
Tableau III-3 - Conditions de dépôt de la métallisation par pulvérisation cathodique RF pour la réalisation de la structure MIM (HF) et de la structure coplanaire

### VI.2.2. Photomasque

Les masques souples ont été utilisés pour la photolithographie. Ils ont été conçus avec le logiciel Ansoft Designer version 6.1 et réalisés par la société *LITHOS de Chateaubourg* (35).

Les Figure III-19 et Figure III-20 présentent les masques ainsi que les dimensions des différents circuits réalisés durant cette thèse pour la caractérisation diélectrique en hautes fréquences.

Le premier masque est destiné à la réalisation des dispositifs coplanaires (Figure III-19a et b). Il comprend 2 lignes CPW (Figure III-19b et c) de longueurs différentes (2 et 5 mm) et un résonateur à double stubs (Figure III-19d) avec sa ligne d'accès. Les lignes CPW sont conçues pour avoir une impédance caractéristique de  $50 \Omega$ . Ces lignes seront utilisées pour la détermination des propriétés diélectriques ( $\epsilon'$  et  $\tan \delta$ ) des matériaux La-Ti-O-N, alors que le résonateur à double stubs est un moyen de caractérisation de leur agilité (variation de la fréquence de résonance sous l'application d'un champ électrique continu). Les résonateurs utilisés pour cette étude sont conçus afin d'avoir une fréquence de résonance aux alentours de 10 GHz.



**Figure III-19 – Photo du masque pour les dispositifs coplanaires (a), schéma du masque pour les dispositifs coplanaires (b), détails de la ligne CPW (c) et détails du résonateur à double stubs (d)**

Le deuxième masque (Figure III-20a et b) est dédié aux dispositifs MIM. Il comprend plusieurs structures en "disques" et en "carrés" avec des dimensions qui varient entre 30 et 50  $\mu\text{m}$  pour le rayon ( $r$ ) du disque central (Figure III-20c) et de 30 à 50  $\mu\text{m}$  de côté  $a$  pour le "carré" central (Figure III-20d). Les autres dimensions des dispositifs sont fixées et présentées sur les Figure III-20c et d.

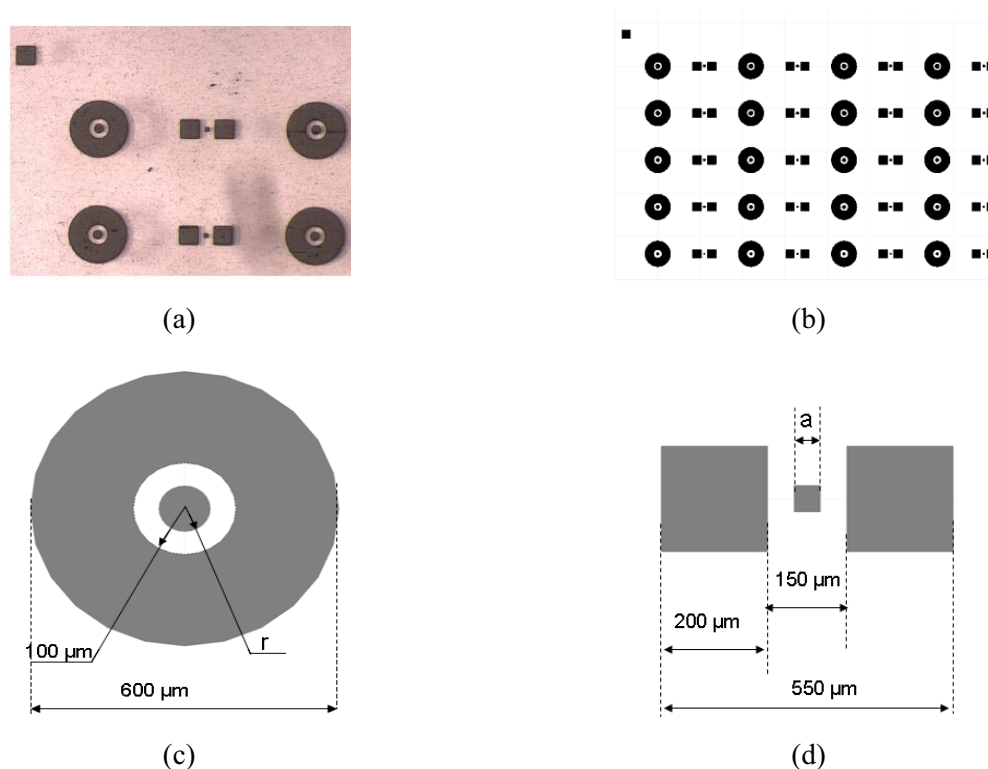
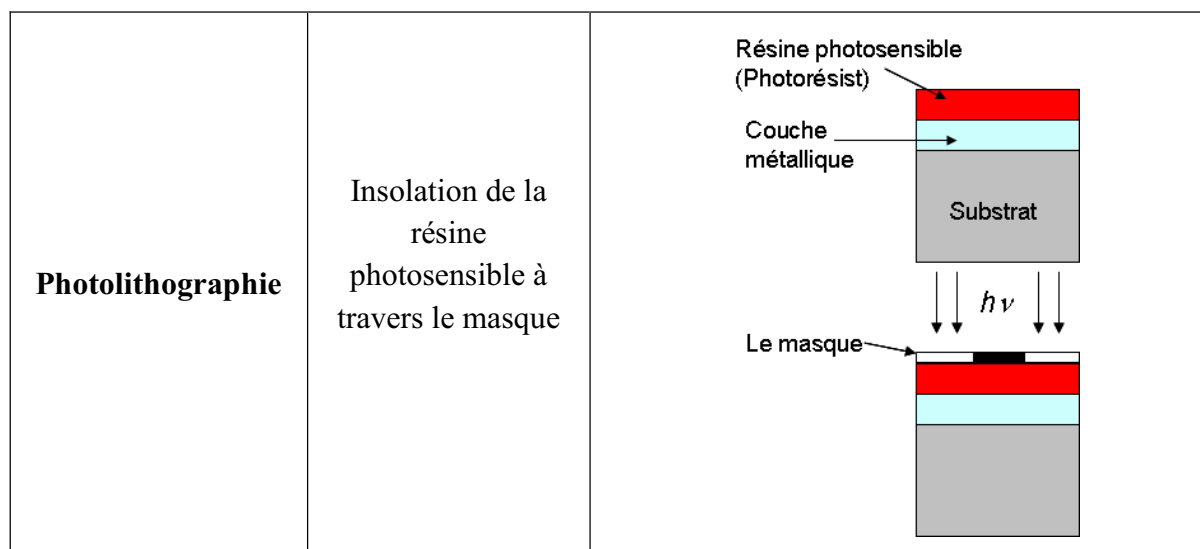


Figure III-20 - Photo du masque pour les dispositifs MIM (HF) (a), schéma du masque pour les dispositifs MIM (b), détails de la structure MIM en disque (c) et détails de la structure MIM en carré (d)

### VI.2.3. Transfert de la géométrie du circuit sur l'échantillon par photolithographie

Le principe de la photo-lithographie, qui peut être scindé en deux grandes étapes (photolithographie et gravure chimique), est représenté sur la Figure III-21. Le détail des différentes étapes est expliqué dans les paragraphes suivants.



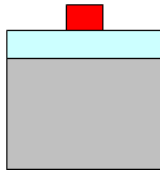
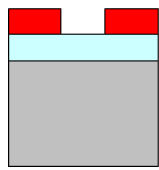
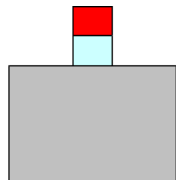
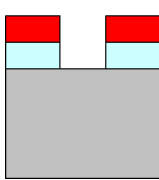
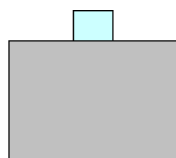
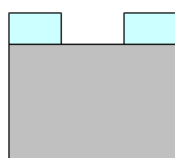
		Résine photosensible positive	Résine photosensible négative
	Développement de la résine		
<b>Gravure chimique de la métallisation</b>	Gravure chimique du métal		
	Résultat final		

Figure III-21 - Principe de la photo-lithographie d'une couche métallique sur son substrat

### VI.2.3.1. Photolithographie

Cette procédure consiste à transférer la géométrie du circuit sur une couche de résine photosensible préalablement déposée sur l'hétérostructure Ag/Ti/La-Ti-O-N/Substrat. Son principe est schématisé Figure III-21 et expliqué en 6 étapes :

- Etape 1 : La résine photosensible positive (Shipley S1828), constituée d'une résine de base et d'un composé photosensible dissout dans un solvant organique, a été enduite par centrifugation à la tournette (de marque CHEMAT Technology) sur l'échantillon métallisé (pendant 9 s à la vitesse de 500 tours / min puis 20 s à la vitesse de 5500 tours / min). L'épaisseur de la couche de résine déposée sur l'échantillon est d'environ 2 à 2,5  $\mu\text{m}$ .

- Etape 2 : Cuisson de la résine pendant 10 min dans un four à 90°C. Cette étape provoque l'évaporation du solvant organique et la solidification de la résine.

- Etape 3 : Insolation de la résine au travers du masque pendant 14 secondes en utilisant la machine d'insolation et d'alignement de masques : Karl Süss MJB3. Pendant l'insolation, le rayonnement UV casse les liaisons diazoïques du composé photosensible, formant ainsi des groupements carboxyliques.

- Etape 4 : La résine exposée est alors soluble dans la solution de développement (solution basique Shipley MF319), par dissolution des groupements carboxyliques, pendant 1 min.

- Etape 5 : Rinçage de l'échantillon à l'eau du robinet et à l'eau distillée et séchage sous flux d'azote.

- Etape 6 : L'échantillon est mis dans un four à 130°C pendant 20 min "traitement post-bake" pour améliorer l'adhérence de la résine à la couche métallique avant l'étape de la gravure chimique du métal (Figure III-22).



Figure III-22 - But du "traitement post-bake"

L'échantillon est ensuite examiné au microscope optique pour une vérification des côtes, de la qualité des bords et des défauts locaux avant la gravure chimique de l'argent et du titane.

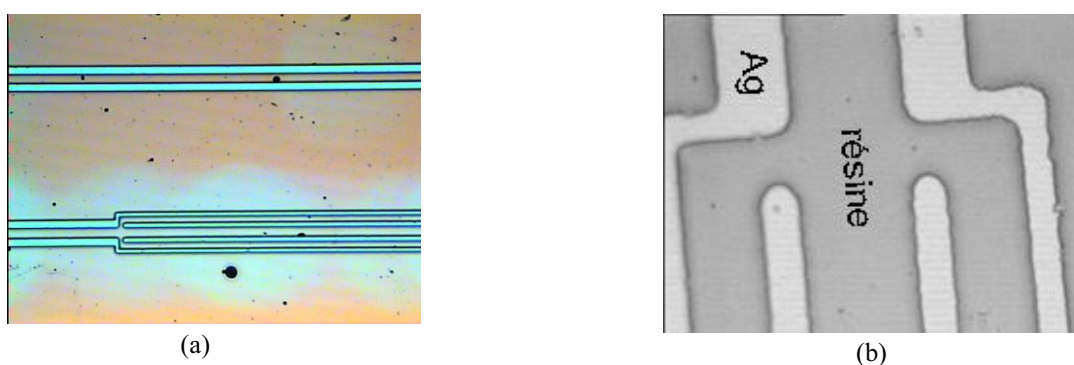


Figure III-23 - Image de l'échantillon après le post-bake par microscopie optique, a) zoom 5X et b) zoom 20X

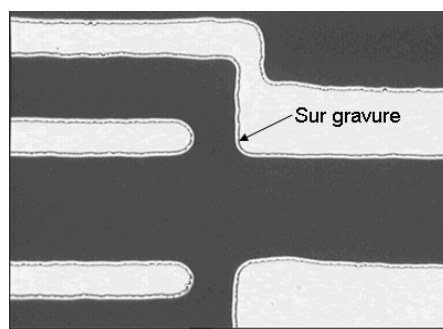
#### VI.2.3.2. Gravure chimique de la métallisation

Cette partie du procédé permet de transférer le motif réalisé par photolithographie sur la résine vers l'échantillon (étapes 7 et 8).

- Etape 7 : L'échantillon obtenu après la photolithographie est plongé dans la solution de gravure. Les métaux sont gravés localement, là où la résine a été développée.

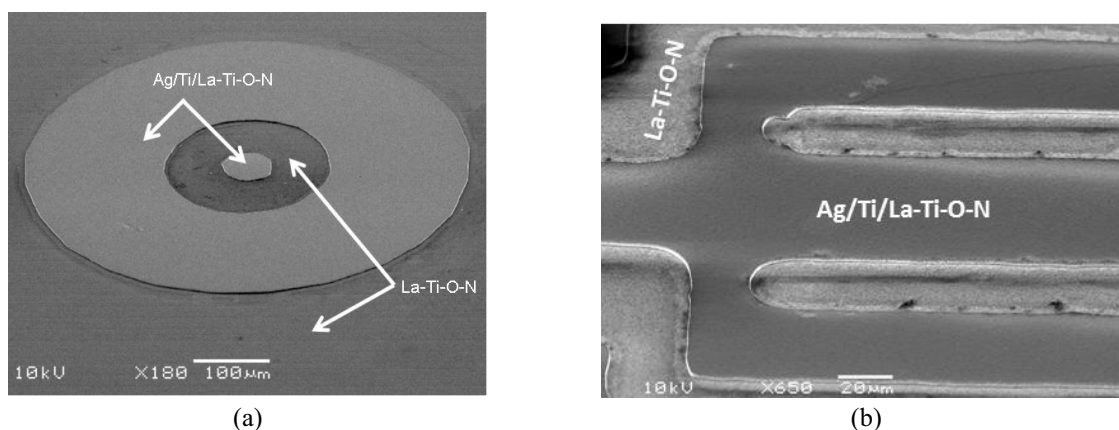
Pour la gravure d'argent, l'échantillon est plongé 3 fois pendant 20 s dans un composé d'acide nitrique ( $\text{HNO}_3$  à 60 %), acide phosphorique ( $\text{H}_3\text{PO}_4$  à 85 %), acide acétique ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  glacial) et de l'eau dé-ionisée avec la proportion 1 : 4 : 4 : 1 et ensuite rincé à l'eau distillée et séché sous flux d'azote.

La gravure de titane est réalisée par la suite avec une solution composée d'acide HF à 3 %. Le temps de gravure est de 10 s.



**Figure III-24 – Image de l'échantillon après gravure chimique de la couche métallique (image par transmission en microscopie optique)**

- Etape 8 : La résine est par la suite dissoute à l'acétone et l'échantillon est rincé à l'isopropanol puis à l'eau distillée et séché sous un flux d'azote. La Figure III-25 montre le détail de dispositifs réalisés par photo-lithogravure.



**Figure III-25 - Images par Microscopie Electronique à Balayage (MEB) des échantillons après l'étape de photo-lithogravure (a) structure MIM en disque (b) résonateur à double stubs en structure coplanaire**

### VI.2.3.3. Manipulations complémentaires

Afin de s'assurer, avant toute gravure, que les solutions de gravure d'argent et de titane n'altèrent pas la qualité de la couche La-Ti-O-N, un échantillon "test", avec une moitié de la surface recouverte par la résine, est plongé dans les solutions de gravure pendant un temps d'environ 10 fois celui utilisé lors de la gravure (10 min dans la solution de gravure de l'argent et 2 min dans celle de titane). Ensuite la résine est dissoute. Une observation au microscope a confirmé qu'il n'y avait pas de différence d'aspect entre les 2 parties de la surface de l'échantillon La-Ti-O-N utilisé, ce qui signifie que ce dernier est stable dans les solutions de gravure.

Par ailleurs, et afin d'éviter tout problème de non-adhérence entre la couche métallique et la couche La-Ti-O-N lors de la gravure, un traitement thermique des échantillons dans un four à 90°C pendant une nuit (12 h) est réalisé avant la métallisation d'argent et de titane. Ce traitement permet l'évacuation de l'humidité mais aussi des contraintes de la couche La-Ti-O-N.

#### VI.2.3.4. Le problème de surgravure

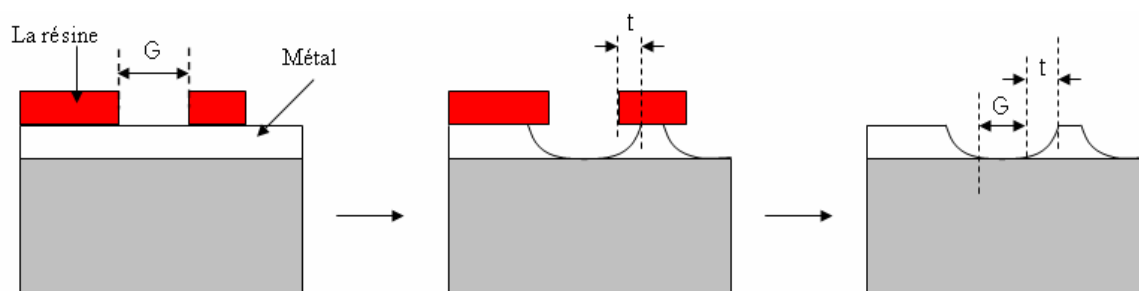


Figure III-26 – Schématisation du problème de surgravure

Lors de la gravure du métal, une érosion latérale induit un élargissement des gaps. En réalité, les bords de la couche métallique non gravée ne sont pas droits mais courbés Figure III-26, ce qui induit une ouverture du gap égale à  $G + 2t$ , avec  $G$ , le gap prévu sur le masque et donc imprimé sur la résine et  $t$ , la surgravure causée d'un côté du gap. La largeur de la surgravure est estimée à deux fois l'épaisseur métallique à graver (donc environ  $4\text{ }\mu\text{m}$  dans notre cas). Cette surgravure est prise en compte lors de la conception des masques mais reste assez aléatoire car elle dépend aussi de la qualité de surface de la couche La-Ti-O-N et des éventuels défauts et impuretés présents sur la surface de l'échantillon.

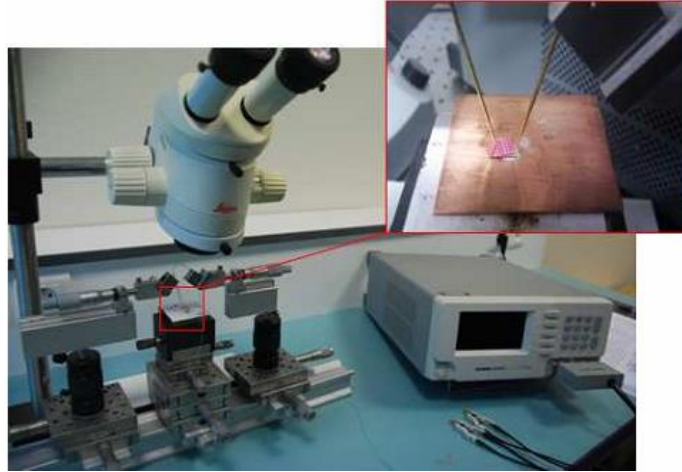
### VI.3. Les stations de caractérisation diélectrique utilisées

Plusieurs stations de mesures ont été utilisées pour la caractérisation diélectrique des couches minces La-Ti-O-N. Ces différents outils sont évoqués dans ce qui suit.

#### VI.3.1. Banc de mesure pour la caractérisation diélectrique en basses fréquences (BF)

La mesure en basses fréquence a été réalisée dans l'équipe "Matériaux Fonctionnels (MF)" de l'IETR, au département Science et Génie des Matériaux (SGM) de l'IUT de Saint Brieuc. Cette première mesure est réalisée à l'aide d'un analyseur d'impédance Instek LCR819, qui fait office d'un pont RLC (Figure III-27). Une calibration simple, Open et Short, est réalisée avant d'effectuer une série de mesure. Elle consiste en la mesure d'un circuit fermé (setoff close) en ramenant en contact les pointes et la plaque de cuivre (support), et aussi par la mesure d'un circuit ouvert (setoff open), ou la mesure est cette fois effectuée en n'ayant aucun contact. Pour le principe de cette mesure, consulter le paragraphe IV.3 du chapitre précédent.





**Figure III-27 – Banc de mesure utilisé pour la caractérisation en basses fréquences installé à l'IETR – Département SGM de l'IUT de Saint Brieuc**

Cette caractérisation donne accès à la valeur de la capacité du condensateur MIM et aux pertes diélectriques du matériau La-Ti-O-N. La connaissance du diamètre du plot métallique (électrode supérieure) et de l'épaisseur de la couche mince permet, par un calcul simple [23], de remonter à la valeur de la constante diélectrique du matériau par la relation suivante :

$$\varepsilon' = \frac{C.e}{\varepsilon_0.S} \quad (3.2)$$

Où :

- $C$ , capacité du condensateur MIM ;
- $e$ , épaisseur de la couche mince La-Ti-O-N ;
- $S$ , surface de l'électrode supérieure ;
- $\varepsilon_0$ , permittivité du vide.

Rappelons ici que la permittivité relative d'un matériau est donnée par :

$$\varepsilon_r = \varepsilon' + j \varepsilon''$$

Où :

- $\varepsilon'$ , partie réelle de la permittivité (appelée aussi constante diélectrique) ;
- $\varepsilon''$ , partie imaginaire de la permittivité.

Les pertes diélectriques du matériau sont quantifiées par la tangente de pertes comme suit :

$$\tan \delta = \varepsilon'' / \varepsilon'$$

Dans la suite de ce travail, nous présenterons les propriétés diélectriques des couches minces par leur constante diélectrique  $\varepsilon'$  et leur tangente de pertes  $\tan\delta$ .

Par ailleurs, la mesure d'accordabilité en basses fréquences est réalisée sur la même station de caractérisation citée plus haut, en appliquant une tension continue entre les pointes pouvant aller jusqu'à 20 V, créant ainsi un champ électrique entre les deux électrodes (supérieure et inférieure). L'accordabilité est notée :

$$\text{Accordabilité (\%)} = \left| \frac{\varepsilon'(E_{bias} = 0) - \varepsilon'(E_{bias\max})}{\varepsilon'(E_{bias} = 0)} \right| \times 100 \quad (3.3)$$

Avec :

$\varepsilon'(E_{Bias} = 0)$ , constante diélectrique sous champ appliqué nul ( $E_{Bias} = 0 \text{ kV/cm}$ ) ;

$\varepsilon'(E_{Bias\max})$ , constante diélectrique sous champ appliqué maximal ( $E_{Bias\max}$ ).

Il faut rappeler ici que la variation relative de la capacité sous champ de la structure MIM (BF) est directement liée à la variation relative de la permittivité du matériau diélectrique.

### VI.3.2. Bancs de mesure pour la caractérisation diélectrique en hautes fréquences (HF)

Deux bancs de mesure ont été utilisés pour la caractérisation des dispositifs en hautes fréquences. Le premier est installé au CEA-LETI à Grenoble, et se compose d'un analyseur de réseaux Rohde & Schwarz ZVA 4 ports. La fréquence maximale de travail est de 24 GHz. Une station de mesure sous pointes (de marque Signatone S-96 MW Micropositionner), avec une microsonde coplanaire (G-S-G : Ground – Signal – Ground), est associée à l'analyseur (Figure III-28). Les pointes de mesure (de marque Picroprobe) sont d'environ 50  $\mu\text{m}$  de largeur et l'espace entre la pointe centrale (S) et les pointes extérieures (G) est de 350  $\mu\text{m}$ . La polarisation du circuit se fait via le VNA et la tension maximale pouvant être appliquée est limitée à 25 V. Cette dernière est appliquée grâce à une alimentation en tension de type TTI QL355.

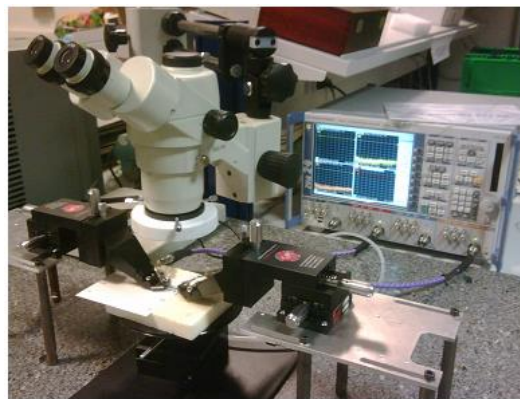
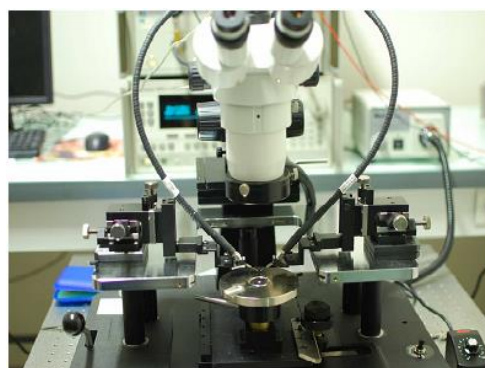


Figure III-28 - Station de mesure sous pointes, utilisée pour la caractérisation en hautes fréquences, installée au CEA-LETI à Grenoble

L'autre station de mesure utilisée pour la caractérisation en hautes fréquences est installée dans le département SGM de l'IUT de Saint Brieuc. Il s'agit d'un analyseur de réseaux Agilent 8510C associée à une station de mesure sous pointes "Signatone H100" (Figure III-29). La fréquence maximale de travail est de 26,5 GHz (801 points par acquisition). Deux téts de polarisation de chez SHF Communication Technology sont utilisés pour l'application d'une tension DC jusqu'à 180 V. Cette dernière est générée par un générateur de marque Keithley 2400 (Figure III-29). Les pointes de mesures utilisées, d'un pas de 200  $\mu\text{m}$ , sont fournies par Picoprobe.



(a)



(b)

**Figure III-29 – Analyseur de réseau (a) et station de mesure sous pointes (b), utilisés pour la caractérisation en hautes fréquences, installés à l'IETR, département SGM de l'IUT de Saint-Brieuc**

Un calibrage "SOLT" (Short-Open-Load-Thru) est effectué, avant de réaliser les mesures, en utilisant des kits commerciaux, afin d'éliminer les erreurs systématiques de l'analyseur et de placer les plans de référence au niveau des extrémités des pointes.

La caractérisation en hautes fréquences est réalisée sur des lignes de transmission de différentes longueurs (2 et 5 mm) conçues pour être adaptées à 50  $\Omega$ . Les paramètres  $S_{ij}$  permettent, par extraction (voir paragraphe II.1), de remonter aux valeurs de la permittivité et des pertes diélectriques de la couche mince.

Les mesures d'agilité (variation relative de la fréquence de résonance  $T$  (%)) et d'accordabilité (variation relative de la permittivité du matériau *Accordabilité* (%)) sont réalisées, sur les résonateurs à double stubs ou sur les capacités, en appliquant des tensions continues maximales de 25 V (banc de mesure du CEA LETI) ou de 180 V (banc de mesure de l'IETR). L'application de cette tension induit l'apparition d'un champ continu. Suivant la structure utilisée, la valeur du champ continu dépend de la largeur des gaps des échantillons réalisés (résonateur, Figure III-30a) ou de l'épaisseur de la couche mince La-Ti-O-N (capacité, Figure III-30b).

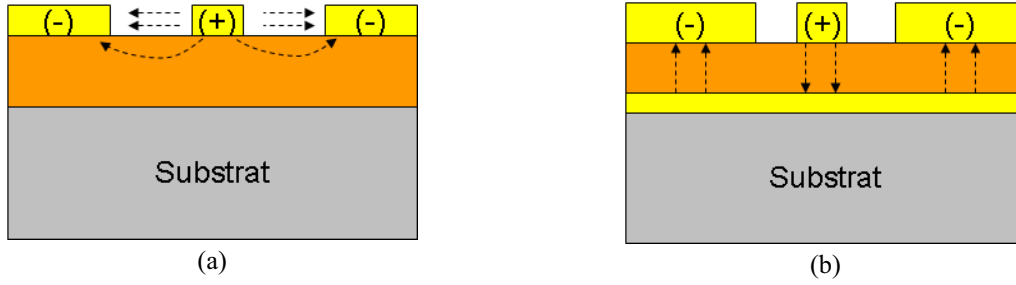


Figure III-30 - Lignes de champ Bias (a) pour un résonateur (b) pour une capacité MIM

Le calcul d'agilité sur les résonateurs est effectué à partir de la formule suivante :

$$Agilité \ T (\%) = \left| \frac{F_r(E_{bias} = 0) - F_r(E_{biasmax})}{F_r(E_{bias} =)} \right| \times 100 \quad (3.4)$$

Où :

$F_r(E_{Bias} = 0)$ , fréquence de résonance sous champ appliqué nul ;

$F_r(E_{Bias \ max})$ , fréquence de résonance sous champ appliqué maximal.

Le calcul de l'accordabilité des structures MIM en hautes fréquences est effectué à partir de la variation relative de la constante diélectrique du matériau La-Ti-O-N. Pour ce calcul, la formule utilisée est identique à celle utilisée aux basses fréquences (Equation 3.3, Paragraphe VI.3.1).

## VII. CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous avons présenté rapidement les différentes techniques utilisées pour le dépôt des couches minces ferroélectriques. Nous avons expliqué plus en détail la technique de dépôt par pulvérisation cathodique magnétron réactive qui a été utilisée pour le dépôt de couches minces La-Ti-O-N [21] et aussi pour la réalisation des dispositifs de caractérisation diélectrique. Nous avons cité les caractéristiques des différentes phases des composés La-Ti-O-N déposées et qui seront étudiées tout au long de ce manuscrit (la phase oxynitruure  $LaTiO_2N$  et les phases oxydes  $La_2Ti_2O_7$  et  $LaTiO$ ). Nous avons détaillé par la suite la réalisation des dispositifs, à base des couches minces La-Ti-O-N, pour la caractérisation diélectrique. Plusieurs échantillons avec différentes compositions et substrats ont été réalisés dans le cadre de cette thèse. Les résultats de cette caractérisation seront présentés en détail dans le chapitre suivant.



## REFERENCE

- [1] A. Li, C. Ge, P. Lü, D. Wu, S. Xiong, and N. Ming, "Fabrication and electrical properties of sol-gel derived BaTiO<sub>3</sub> films with metallic LaNiO<sub>3</sub> electrode," *Applied Physics Letters*, vol. 70, no. 12, pp. 1616–1618, Mar. 1997.
- [2] H. Huang and X. Yao, "Preparation and electrical properties of BaTiO<sub>3</sub> thin films by mist plasma evaporation," *Materials research innovations*, vol. 9, no. 2, pp. 43–44.
- [3] J. Zeng, H. Wang, M. Wang, S. Shang, Z. Wang, and C. Lin, "Structural and electrical characteristics of thin films of BaTiO<sub>3</sub> prepared by atmospheric-pressure metal-organic chemical vapour deposition," *Journal of physics. D, Applied physics*, vol. 31, no. 19, pp. 2416–2420.
- [5] D. H. Kim and H. S. Kwok, "Pulsed laser deposition of BaTiO<sub>3</sub> thin films and their optical properties," *Applied Physics Letters*, vol. 67, no. 13, pp. 1803–1805, Sep. 1995.
- [5] J. Thongrueng, K. Nishio, T. Tsuchiya, K. Nagata, and Y. Masuda, "Preparation and properties of soft ferroelectric BaTiO<sub>3</sub> thin film by sol-gel process," in *Proceedings of the 2000 12th IEEE International Symposium on Applications of Ferroelectrics, 2000. ISAF 2000*, 2000, vol. 1, pp. 243–246 vol. 1.
- [6] P. F. Carcia, R. S. McLean, M. H. Reilly, and G. Nunes, "Transparent ZnO thin-film transistor fabricated by rf magnetron sputtering," *Applied Physics Letters*, vol. 82, no. 7, pp. 1117–1119, Feb. 2003.
- [7] N.-Y. Lee, T. Sekine, Y. Ito, and K. Uchino, "Deposition Profile of RF-Magnetron-Sputtered BaTiO<sub>3</sub> Thin Films," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 33, no. Part 1, No. 3A, pp. 1484–1488, Mar. 1994.
- [8] B. S. Kwak, E. P. Boyd, and A. Erbil, "Metalorganic chemical vapor deposition of PbTiO<sub>3</sub> thin films," *Applied Physics Letters*, vol. 53, no. 18, pp. 1702–1704, Oct. 1988.
- [9] P. C. Van Buskirk, R. Gardiner, P. S. Kirlin, and S. Krupanidhi, "Plasma-enhanced metalorganic chemical vapor deposition of BaTiO<sub>3</sub> films," *Journal of Vacuum Science Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, vol. 10, no. 4, pp. 1578–1583, Jul. 1992.
- [10] T. Chiba, K. Itoh, and O. Matsumoto, "Deposition of BaTiO<sub>3</sub> thin films by plasma MOCVD," *Thin Solid Films*, vol. 300, no. 1–2, pp. 6–10, May 1997.
- [11] A. Le Febvrier, "Couche minces et multicouches d'oxydes ferroélectrique (KTN) et diélectrique (BZN) pour applications en hyperfréquences," Thèse soutenue à Université de Rennes 1, 2012.
- [12] D. B. Chrisey and G. K. Hubler, *Pulsed Laser Deposition of Thin Films*. John Wiley & Sons Inc, 1994.
- [13] H. Schwarz, "Vacuum Deposition by High-Energy Laser with Emphasis on Barium Titanate Films," *Journal of Vacuum Science and Technology*, vol. 6, no. 3, p. 373, May 1969.
- [14] A. Basillais, R. Benzerga, H. Sanchez, E. Le Menn, C. Boulmer-Leborgne, and J. Perrière, "Improvement of the PLD process assisted by RF plasma for AlN growth," *Applied Physics A*, vol. 80, no. 4, pp. 851–859, Nov. 2003.
- [15] D. Depla and S. Mahieu, *Reactive sputter deposition*. Berlin: Springer, 2008.

- [16] S. Liebus, “Couches minces ferroélectriques appliquées aux dispositifs microondes accordables en fréquence,” Thèse soutenue à Université de Limoges, 2003.
- [17] C. Esnouf, *Caractérisation microstructurale des matériaux: analyse par les rayonnements X et électronique*. Lausanne: Presses polytechniques et universitaires romandes, 2011.
- [18] J.-L. Martin and A. George, *Caractérisation expérimentale des matériaux. II: Analyse par rayon X, électrons et neutrons*. Lausanne: Presses polytechniques et universitaires romandes, 1998.
- [19] H. J. Mathieu, E. Bergmann, and R. Gras, *Traité des matériaux. IV, Analyse et technologie des surfaces, Couches minces et tribologie*. Lausanne: Presses polytechniques et universitaires romandes, 2003.
- [20] J.-P. Eberhart, *Analyse structurale et chimique des matériaux*, Nouvelle. Dunod, 1997.
- [21] L. Yu, “Nouveaux matériaux pour antennes miniatures agiles en fréquence: synthèse et caractérisations diélectriques de films minces oxynitrides,” Thèse soutenue à Université de Rennes 1, 2012.
- [22] A. Ziani, “Etude de nouveaux matériaux: Films minces perovskites oxynitrides, de la photocatalyse à la microélectronique,” Thèse soutenue à Université de Rennes 1, 2009.
- [23] S. Gevorgian, *Ferroelectrics in Microwave Devices, Circuits and Systems Physics, Modeling, Fabrication and Measurements*. London: Springer London, 2009.

## **Chapitre IV**

# **CARACTERISATION DIELECTRIQUE DES FILMS MINCES La-Ti-O-N**





<b>I.</b>	<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>135</b>
<b>II.</b>	<b>PROPRIETES DIELECTRIQUES DES FILMS MINCES OXYNITRURES</b>	
	<b>LaTiO<sub>2</sub>N.....</b>	<b>135</b>
<b>II.1.</b>	<b>Mesures en basses fréquences .....</b>	<b>135</b>
II.1.1.	Détermination de $\epsilon'$ et de $\tan\delta$ .....	135
II.1.2.	Mesure d'agilité .....	136
<b>II.2.</b>	<b>Mesures en hautes fréquences.....</b>	<b>137</b>
II.2.1.	Mesure en structure MIM (HF) .....	138
II.2.1.1.	Détermination de $\epsilon'$ et de $\tan\delta$ .....	138
II.2.1.2.	Retro-simulation de la structure MIM (HF).....	139
II.2.1.3.	Mesure d'agilité .....	139
II.2.2.	Mesures en structure coplanaire .....	139
II.2.2.1.	Extraction de $\epsilon'$ et de $\tan\delta$ .....	140
II.2.2.2.	Rétro-simulation de la structure coplanaire .....	141
II.2.2.3.	Mesure d'agilité .....	142
<b>III.</b>	<b>PROPRIETES DIELECTRIQUES DES FILMS MINCES OXYDES <i>LaTiO</i></b>	<b>143</b>
<b>III.1.</b>	<b>Mesures en basses fréquences .....</b>	<b>143</b>
III.1.1.	Détermination de $\epsilon'$ et de $\tan\delta$ .....	143
III.1.2.	Mesure d'agilité .....	144
<b>III.2.</b>	<b>Mesures en hautes fréquences.....</b>	<b>145</b>
III.2.1.	Mesures en structure MIM (HF) .....	145
III.2.1.1.	Détermination de $\epsilon'$ et de $\tan\delta$ .....	145
III.2.1.2.	Retro-simulation de la structure MIM (HF) .....	147
III.2.1.3.	Mesure d'agilité.....	148
III.2.2.	Mesures en structure coplanaire .....	148
III.2.2.1.	Extraction de $\epsilon'$ et de $\tan\delta$ .....	148
III.2.2.2.	Rétro-simulation de la structure coplanaire.....	150
III.2.2.3.	Mesure d'agilité.....	151
<b>IV.</b>	<b>PROPRIETES DIELECTRIQUES DES FILMS MINCES OXYDES <i>La<sub>2</sub>Ti<sub>2</sub>O<sub>7</sub></i></b>	
	<b>.....</b>	<b>152</b>
<b>IV.1.</b>	<b>Résultats de mesure en basses fréquences.....</b>	<b>152</b>
<b>IV.2.</b>	<b>Résultats des mesures en hautes fréquences .....</b>	<b>154</b>
IV.2.1.	Mesures en structure coplanaire .....	154
IV.2.1.1.	Extraction de $\epsilon'$ et de $\tan\delta$ .....	154
IV.2.1.2.	Mesure d'agilité .....	155
<b>V.</b>	<b>CONCLUSION.....</b>	<b>156</b>
	<b>REFERENCE.....</b>	<b>159</b>



## I. INTRODUCTION

Dans le chapitre précédent, nous avons présenté brièvement la technique de dépôt par pulvérisation cathodique réactive des couches minces La-Ti-O-N. Nous avons également présenté les différentes phases oxydes et oxynitride obtenues à partir d'une cible oxyde ou oxynitride par variation du gaz réactif lors du dépôt. La réalisation des dispositifs pour la caractérisation diélectrique de ces composés, en basses et hautes fréquences, a été présentée.

Nous allons maintenant présenter les différents résultats obtenus lors de la caractérisation diélectrique des films La-Ti-O-N. Les propriétés diélectriques que nous allons définir sont  $\epsilon'$  et  $\tan\delta$  qui représentent, respectivement, la constante diélectrique (partie réelle de la permittivité) et la tangente des pertes du matériau (Chapitre II, Paragraphe II). Les propriétés diélectriques, en basses et hautes fréquences des films seront présentées par type de composition. Les paramètres de dépôt des différents films caractérisés dans ce chapitre sont résumés dans l'Annexe 1.

## II. PROPRIETES DIELECTRIQUES DES FILMS MINCES OXYNITRIDES $\text{LaTiO}_2\text{N}$

La phase  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  a été obtenue lors du dépôt des couches minces, à partir des deux cibles utilisées, en présence de gaz réactif  $\text{N}_2$ . Nous présenterons, tout d'abord, dans cette partie du chapitre les résultats de la caractérisation diélectrique de cette phase en basses fréquences, puis les résultats obtenus en hautes fréquences.

### II.1. Mesures en basses fréquences

#### II.1.1. Détermination de $\epsilon'$ et de $\tan\delta$

Pour la caractérisation en basses fréquences, une capacité MIM a été utilisée, elle est réalisée avec un film  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  (LTO-180) déposé sur un substrat conducteur ( $\text{Nb} : \text{SrTiO}_3$ ). Un exemple de cette structure a été présenté en Figure III-16.

La Figure IV-1 montre la variation de la constante diélectrique ainsi que celle de la tangente des pertes du film LTO-180 dans la gamme de fréquence comprise entre 1 et 100 kHz. Nous observons des valeurs de constante diélectrique élevées dans cette gamme de fréquence allant de  $\epsilon' \sim 1450$  à  $\epsilon' \sim 418$  pour une fréquence de 1 kHz et 100 kHz respectivement. Ces valeurs élevées sont accompagnées de valeurs de tangente de pertes très élevées allant de  $\tan\delta \sim 16,70$  à  $\tan\delta \sim 1,03$  pour les mêmes fréquences.

La grande dispersion des propriétés diélectriques en fonction de la fréquence observée aussi en littérature [1] a souvent été associée à une conduction par saut d'ions peu mobiles qui peut aussi être envisagée dans nos composés. Par ailleurs, aucune relaxation n'est observée sur ce film dans cette gamme de fréquence.

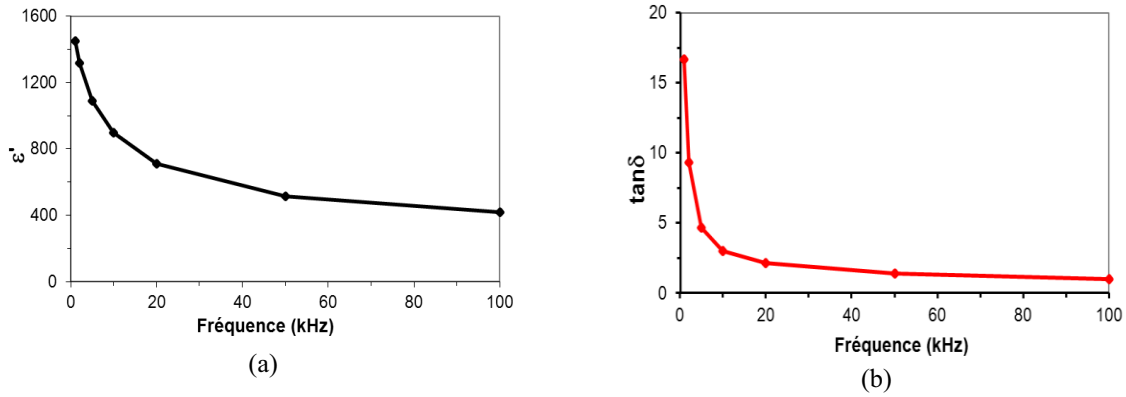


Figure IV-1 - Variation, en fonction de la fréquence, de la constante diélectrique (a) et de la tangente des pertes (b) du film LaTiO<sub>2</sub>N déposé sur substrat Nb : SrTiO<sub>3</sub> (LTO-180)

### II.1.2. Mesure d'agilité

La Figure IV-2 présente, à la fréquence de 100 kHz, la variation de la constante diélectrique et de la tangente des pertes en fonction du champ statique appliqué. Cette figure montre une évolution de la valeur de  $\epsilon'$  de 327 à 300 sous l'application d'un champ continu représentative d'une accordabilité du matériau LaTiO<sub>2</sub>N. Cette dernière est de l'ordre de 8% sous un champ statique maximum appliqué de 16,7 kV/cm. Cette accordabilité est assez importante comparée à la faible valeur de champ continu appliqué, mais reste limitée car, au-delà de cette valeur de champ, la capacité MIM est en court-circuit et la mesure devient impossible. Les valeurs de  $\tan\delta$  (Figure IV-2b) évoluent de  $\sim 1$  à  $\sim 1,5$  sous champ statique de 0 kV/cm et 16,7 kV/cm respectivement. Ces valeurs de pertes sont le signe d'une conductivité électrique dans le matériau LaTiO<sub>2</sub>N qui n'est donc pas un "bon" diélectrique. En fait, LaTiO<sub>2</sub>N doit être considéré comme un semi-conducteur vu la faible valeur de son band-gap (2,4 eV), dans lequel le passage facile des électrons de la bande de valence à la bande de conduction du matériau, engendre une conduction de type électronique. De plus, une présence de défauts et/ou de charges mobiles dans la couche, apportée par une sous ou sur-stoechiométrie (écart à la composition théorique) en azote et oxygène pourrait aussi induire des pertes par conduction dans ce film [1]–[3].

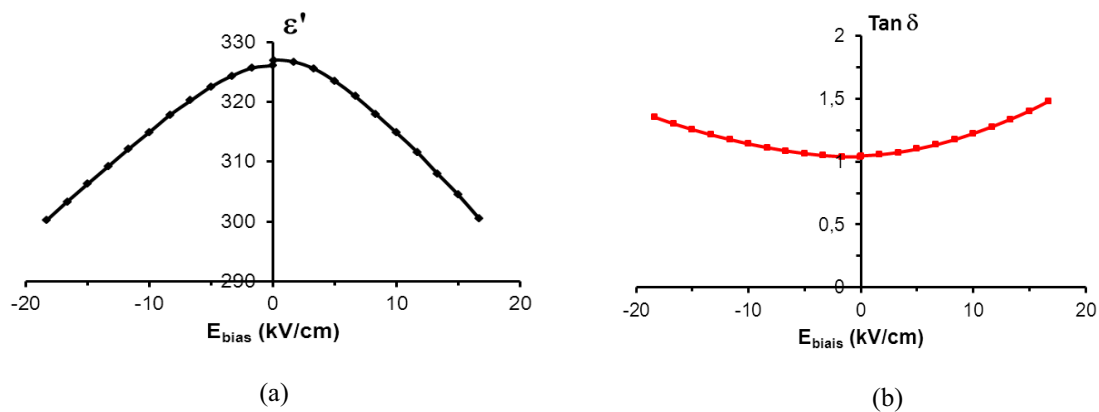


Figure IV-2 - Variation, en fonction du champ statique et à 100 kHz, de la constante diélectrique (a) et de la tangente des pertes (b) du film LaTiO<sub>2</sub>N déposé sur substrat Nb: SrTiO<sub>3</sub> (LTO 180)

Par ailleurs, d'autres mesures effectuées sur des couches  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  montrent une instabilité sous champ de ces films (champ maximum applicable très faible) et surtout une non-reproductibilité des résultats. En effet, différentes valeurs de constante diélectrique et de tangente de pertes ont été mesurées sur ce composé. La Figure IV-3 montre, par exemple, l'évolution de la constante diélectrique et de la tangente des pertes (à 100 kHz) d'un autre film  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  (LTO-176) en fonction du champ statique appliqué. Nous pouvons observer une valeur de constante diélectrique allant de  $\epsilon' \sim 615$  à  $\sim 550$  et une tangente de pertes de 1,36 à 1,65 pour un champ statique allant de 0 à 7,5 kV/cm respectivement. Les valeurs de la constante diélectrique sont plus élevées que celles obtenues précédemment et l'accordabilité associée à ces mesures est de  $\sim 10 \%$ , donc plus élevée, pour un champ statique max plus faible (7,5 kV/cm).

Ces valeurs différentes peuvent avoir comme origine une cristallisation différente mais aussi une déviation de la composition chimique des films. En effet, Les couches LTO-180 et LTO-176 ne cristallisent pas de la même façon : LTO-180 est polycristalline alors que LTO-176 est texturée. En ce qui concerne la composition, ces films ont été déposés sous des pourcentages d'azote dans le plasma de pulvérisation différents (5 % de  $\text{N}_2$  pour le LTO-176 et 50 % de  $\text{N}_2$  pour le LTO-180). Cette différence dans les conditions de dépôt est à l'origine de la différence de composition et de cristallisation des deux films. De plus, la présence de défauts structuraux dans la couche ou à l'interface couche / substrat pourraient avoir une incidence directe sur les valeurs des constantes diélectriques mais aussi sur les pertes intrinsèques du matériau [4]–[6]. Une étude plus approfondie des couches au niveau microscopique serait nécessaire afin de comprendre le comportement des films oxynitrides. Dans la littérature, des valeurs de constante diélectrique élevées ont été obtenues sur les matériaux oxynitrides perovskites [7], [8]. Ces valeurs élevées, généralement associées à des matériaux ferroélectriques, ont motivé plusieurs études pour déterminer le rôle de l'azote sur les propriétés diélectriques et l'existence d'une ferroélectricité dans ces oxynitrides.

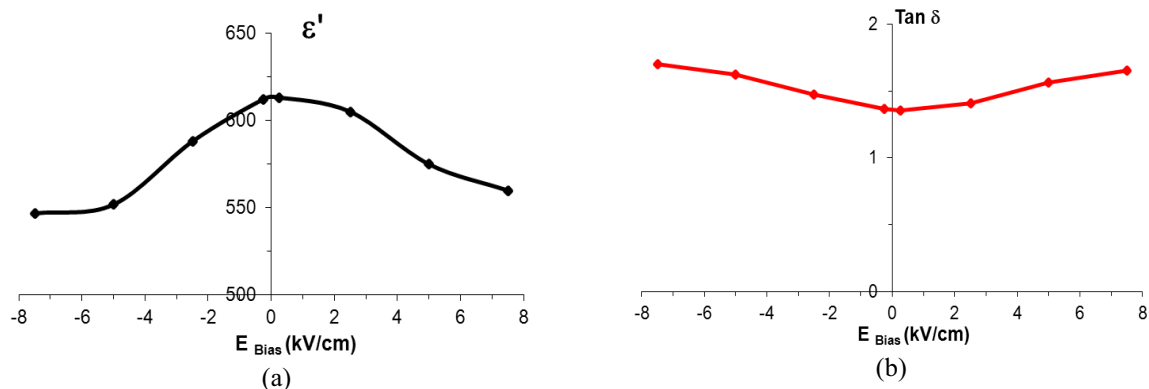


Figure IV-3 - Variation, en fonction du champ statique et à 100 kHz, de la constante diélectrique (a) et de la tangente des pertes (b) du film  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  déposé sur substrat  $\text{Nb:SrTiO}_3$  (LTO-176)

## II.2. Mesures en hautes fréquences

La caractérisation diélectrique en hautes fréquences des films  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  a été réalisée sur deux dispositifs distincts, MIM et coplanaire. Ces dispositifs nécessitent des substrats

différents, dans le premier cas, le substrat est conducteur alors que pour le second cas, le substrat est isolant (voir Chapitre 2, Partie III).

Il faut noter que dans la suite de ce chapitre, les courbes présentées seront des courbes lissées obtenues à partir des points expérimentaux. Un exemple de courbe lissée est présenté Figure IV-4.

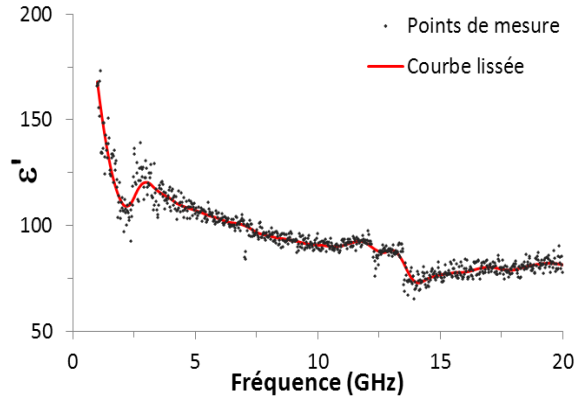


Figure IV-4 - Exemple de résultat de courbe bruitée et de sa courbe lissée

### II.2.1. Mesure en structure MIM (HF)

Un exemple de dispositif MIM, pour la caractérisation en hautes fréquences de films minces La-Ti-O-N a été montré en Figure III-25.

#### II.2.1.1. Détermination de $\varepsilon'$ et de $\tan\delta$

La Figure IV-5 montre la variation de la constante diélectrique et de la tangente des pertes en fonction de la fréquence pour le film  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  (LTO-104) déposé sur substrat conducteur Pt/Si. Une évolution similaire à celle observée en basses fréquences est obtenue, à savoir une forte variation de la constante diélectrique. La valeur de  $\varepsilon'$  varie de 108 à 56 dans la gamme de fréquence allant de 0,1 à 20 GHz. Les pertes diminuent aussi en fonction de la fréquence et sont de 0,30 et 0,16 pour les fréquences de 0,1 et 20 GHz respectivement. Comme dans le cas des basses fréquences, aucune relaxation n'est observée sur cette gamme de fréquence. Les valeurs de  $\varepsilon'$  et de  $\tan\delta$  à 10 GHz sont respectivement de 59 et 0,18.

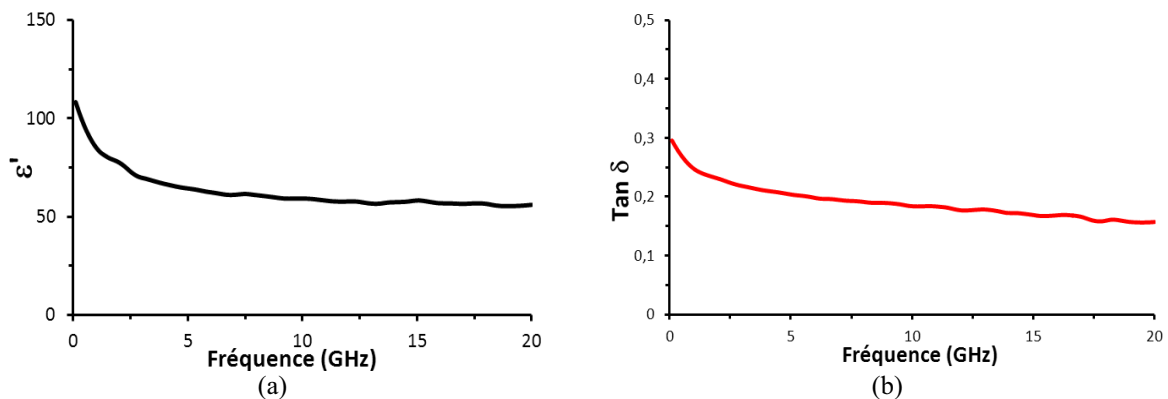


Figure IV-5 - Variation, en fonction de la fréquence, de la constante diélectrique (a) et de la tangente des pertes (b) du film  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  déposé sur substrat Pt/Si (LTO-104)

### II.2.1.2. Retro-simulation de la structure MIM (HF)

La simulation numérique de la capacité MIM avec le logiciel commercial Ansys HFSS [9] a été effectuée, en utilisant les dimensions réelles mesurées des électrodes et les valeurs  $\varepsilon'$  et  $\tan\delta$  mesurées précédemment, en tenant compte de leur variation en fréquence. Les caractéristiques diélectriques sont obtenues après utilisation d'une résistance  $R_{eq}$  pour la correction (voir Chapitre 2, paragraphe III.2.1). La Figure IV-6 montre les résultats expérimentaux ainsi que les résultats de la simulation numérique de la partie réelle et imaginaire du coefficient de réflexion  $S_{11}$ .

Nous pouvons constater que les résultats sont similaires pour la gamme de fréquence inférieure à 10 GHz. Un écart apparaît au-delà de cette fréquence pour la partie imaginaire. Cet écart est dû au fait que les effets parasites (inductif) sont plus importants en hautes fréquences et que la correction apportée par  $R_{eq}$  devient insuffisante [10], [11].

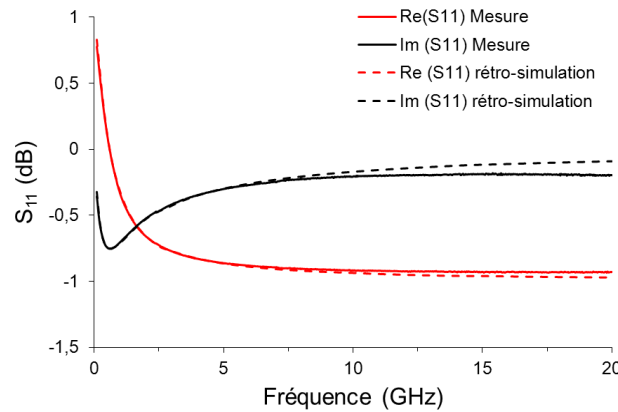


Figure IV-6 - Résultats de simulation et de mesure de la partie réelle et imaginaire du paramètre  $S_{11}$  de la capacité MIM (LTO-104)

### II.2.1.3. Mesure d'agilité

La mesure d'agilité en hautes fréquences sur les structures MIM à base de film  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  n'a pas pu être réalisée. Ces films montraient un caractère semi-conducteur qui mettait la structure en court-circuit dès l'application d'une tension continue.

## II.2.2. Mesures en structure coplanaire

Parallèlement aux dispositifs MIM, la caractérisation diélectrique en hautes fréquences a été réalisée sur des dispositifs coplanaires : une ligne de transmission, qui a permis l'extraction des caractéristiques diélectriques des couches minces, et un résonateur à double stubs afin de caractériser l'agilité des couches. Un exemple de réalisation est présenté en Figure IV-7.



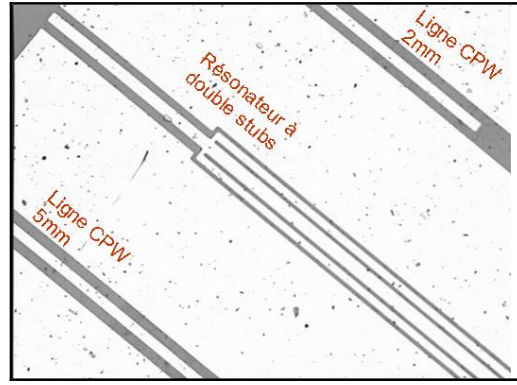


Figure IV-7 – Photo des dispositifs réalisés

### II.2.2.1. Extraction de $\epsilon'$ et de $\tan\delta$

Deux méthodes d'extraction des propriétés diélectriques ont été utilisées (Chapitre 2, paragraphe III.1). La Figure IV-8 montre la variation de la constante diélectrique et de la tangente des pertes, en fonction de la fréquence, obtenue par les deux méthodes d'extraction, pour un film de composition  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  (LTON-155) déposé sur un substrat de  $\text{MgO}$ .

Les valeurs de  $\epsilon'$  obtenues par les deux méthodes sont assez proches, par exemple  $\epsilon' = 94$  et 96 à 10 GHz, par la méthode NRW et Multi-lignes respectivement. Une fluctuation plus grande est observée sur le résultat de la méthode NRW, due aux effets parasites de la mesure qui n'ont pas pu être éliminés par la calibration. Ces perturbations sont moins visibles sur le résultat obtenu avec la méthode Multi-lignes. Ceci est dû au fait que la méthode multi-lignes utilise les résultats de mesure de 2 lignes de différentes longueurs pour s'affranchir des effets parasites et aussi de l'imperfection de la calibration [12].

La variation des tangentes des pertes avec la méthode multi-lignes montre une assez forte décroissance en fonction de la fréquence. Cet effet peut être dû aux pertes métalliques plus élevées en basses fréquences. Rappelons, en effet, que l'épaisseur de métallisation choisie (2  $\mu\text{m}$ ) est l'épaisseur optimale pour une fréquence de travail de 10 GHz. A 10 GHz, pour les deux méthodes, on obtient une valeur de tangente de pertes faible, aux alentours de  $\tan\delta = 0,014$ .

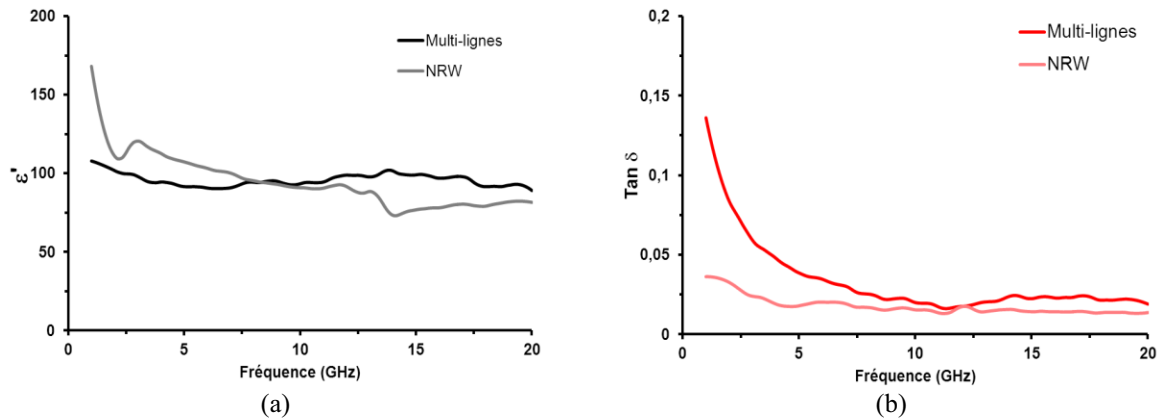


Figure IV-8 - Evolution de la constante diélectrique (a) et de la tangente des pertes (b), en fonction de la fréquence, des films minces oxynitrures  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  (extraction par méthode multi-lignes et méthode NRW) (LTON-155)

Pour les mesures hautes fréquences, nous pouvons estimer que la caractérisation par une structure MIM ou par un dispositif coplanaire permet de retrouver des valeurs de  $\epsilon'$  très similaires dans la gamme de fréquence inférieure à 2 GHz. Au-delà de cette fréquence, la constante diélectrique obtenue par la structure MIM est plus faible que celle obtenue par la méthode coplanaire : à 10 GHz, les valeurs de  $\epsilon'$  extraites sont de 96 et 94 pour les méthodes NRW et multi-lignes respectivement et de 59 sur la structure MIM. Cette différence peut être due à l'incertitude de mesure de chaque méthode et à la différence de qualité des films utilisés car ceux-ci sont déposés sur des substrats différents (métallisés en structure MIM et MgO en structure coplanaire). Ce dernier point induit une différence des films déposés, notamment de leur cristallisation.

Le même constat est à faire sur les valeurs de  $\tan\delta$  obtenues à partir des structures MIM et coplanaire. En effet, les pertes obtenues sur le dispositif coplanaire ( $\tan\delta \sim 0,015$  à 10 GHz pour les deux méthodes NRW et multi-lignes) sont plus faibles que celles obtenues sur la structure MIM ( $\tan\delta \sim 0,18$  à 10 GHz). On pourrait expliquer cela par une meilleure qualité cristalline et surtout une meilleure interface film / substrat dans le cas de film déposé sur MgO. Une interdiffusion entre la couche et le substrat platiné est souvent observée lorsque les dépôts sont effectués à hautes températures, ce qui est notre cas pour cette étude, ce qui augmenterait les pertes des couches déposées sur substrats platinés utilisés pour la caractérisation en structure MIM.

#### II.2.2.2. Rétro-simulation de la structure coplanaire

Les rétro-simulations sont réalisées sur HFSS en utilisant les valeurs extraites à partir des mesures des paramètres  $S_{11}$  et  $S_{21}$ . La couche mince est représentée, lors de la simulation, par ces caractéristiques diélectriques (constante diélectrique et tangente des pertes) en fonction de la fréquence. La Figure IV-9 montre le résultat de rétro-simulation obtenu avec les caractéristiques diélectriques du film LTON-155.

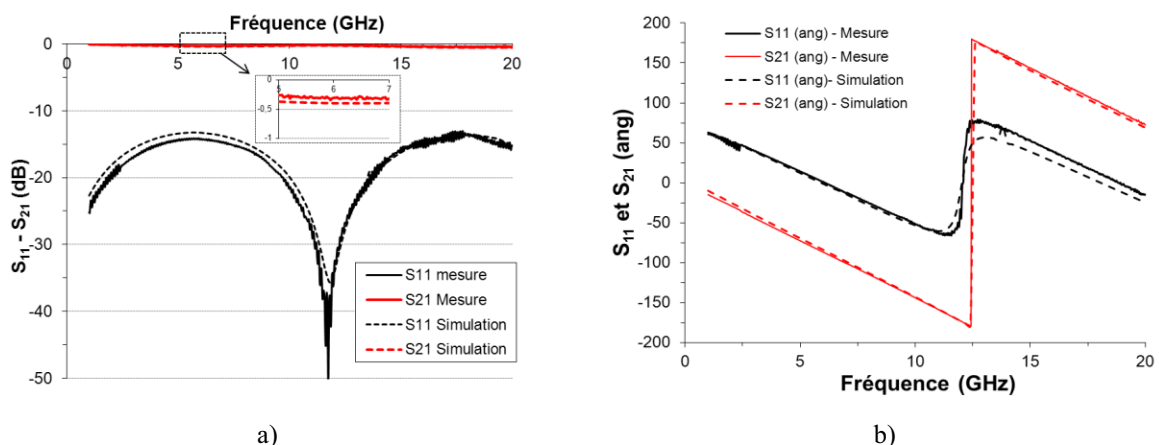


Figure IV-9 - Rétro-simulation d'une ligne CPW avec  $\epsilon'$  et  $\tan\delta$  extraites des mesures, en fonction de la fréquence (LTON-155), a) le module et b) la phase

Un bon accord entre simulation et mesure est obtenu. Les courbes de  $S_{21}$  sont similaires, ce qui signifie que les valeurs de la constante diélectriques et de la tangente de pertes obtenues pour cet échantillon sont celles du matériau LaTiO<sub>2</sub>N.

A partir des courbes  $S_{11}$  et  $S_{21}$  de la rétro-simulation, les valeurs de la constante diélectrique et de la tangente des pertes ont été recalculées (re-extraction) et comparées avec les résultats expérimentaux (Figure IV-10). Compte tenu des incertitudes relatives aux différentes étapes de mesures, extraction, simulation et réextraction, nous pouvons considérer que les courbes obtenues sont assez similaires. Dans le cas de la méthode multi-lignes, comme énoncé précédemment, on observe un écart plus important pour la tangente de pertes dans la bande des fréquences inférieure à 10 GHz.

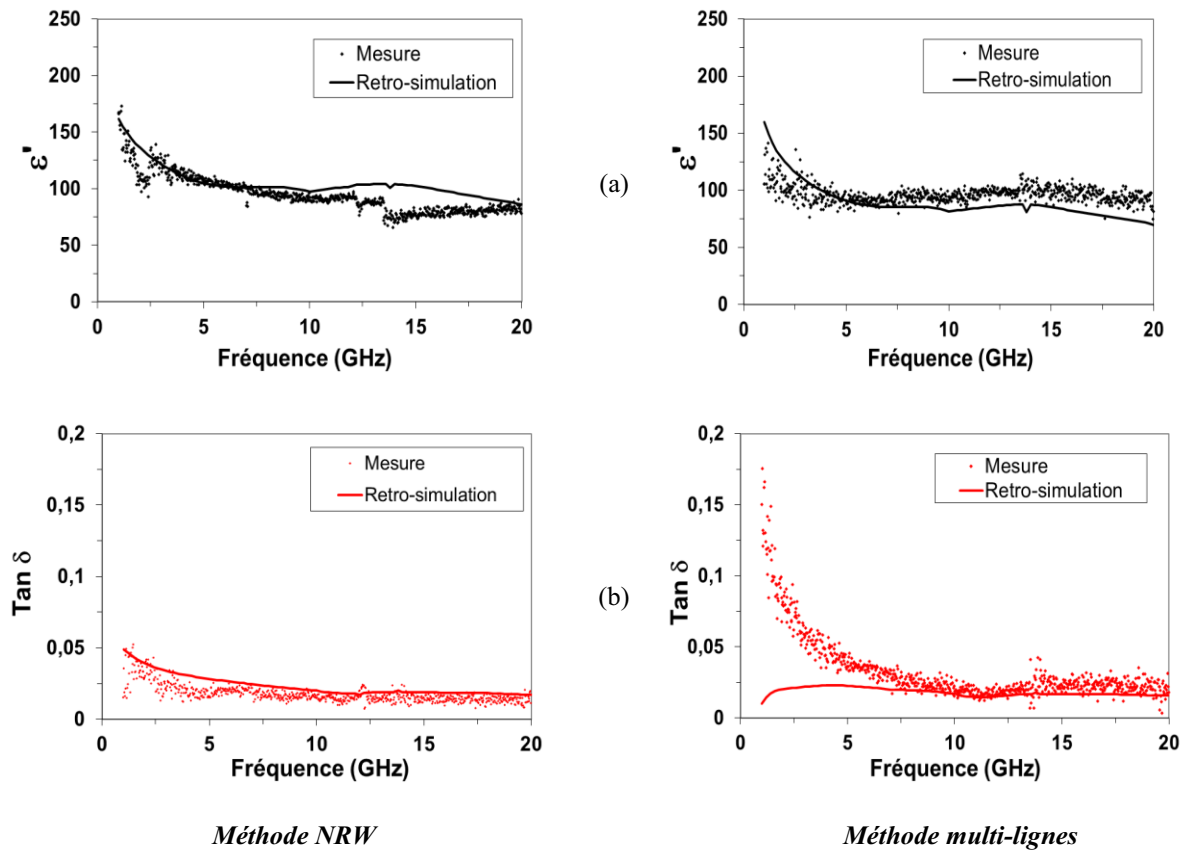


Figure IV-10 - Réextraction de  $\epsilon'$  (a) et de  $\tan \delta$  (b) par les méthodes NRW et multi-lignes (LTON-155)

### II.2.2.3. Mesure d'agilité

La mesure d'agilité a été réalisée sur le film LTON-155 grâce à un résonateur à double stubs. La Figure IV-11 montre le paramètre de transmission  $S_{21}$  de ce dispositif en présence et sans la présence d'un champ électrique continu. La courbe ne montre aucune variation sous l'application d'un champ statique de 86 kV/cm, ce qui est synonyme d'une absence d'agilité. Rappelons ici que ce film a montré une agilité en basses fréquences. Ceci signifierait que cette agilité n'est pas due à un comportement ferroélectrique (existant à basses *et* hautes fréquences), mais plutôt à un autre phénomène qui n'interviendrait qu'en basses fréquences. Selon la littérature, ce phénomène pourrait correspondre à l'existence de nano-régions

polaires dans les composés oxynitrides perovskites, induite par l'existence d'un ordre azote/oxygène dans ces composés [13], ou à une polarisation induite par des charges d'espace ou d'interface dans les grains constituant la couche mince [14]. Dans ce dernier cas, nous pouvons envisager une accumulation de charges mobiles positives et/ou négatives aux joints de grains nanométriques des couches cristallisées, qui induirait une agilité en basses fréquences. Les différentes charges mobiles possibles dans ce matériau sont les anions de l'oxygène et de l'azote, les cations du lanthane et du titane, mais aussi des électrons et des trous. Une étude plus approfondie sur la répartition anionique et la conductivité à basse fréquence est nécessaire afin de valider ces modèles.

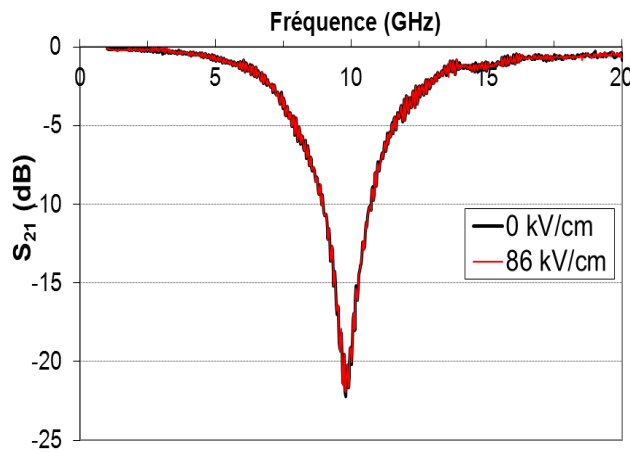


Figure IV-11 - Variation du paramètre  $S_{21}$ , en fonction de la fréquence, d'un résonateur à stub avec et sans champ statique appliqué, pour un film de composition  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  (LTON-155)

### III. PROPRIETES DIELECTRIQUES DES FILMS MINCES OXYDES $\text{LaTiO}$

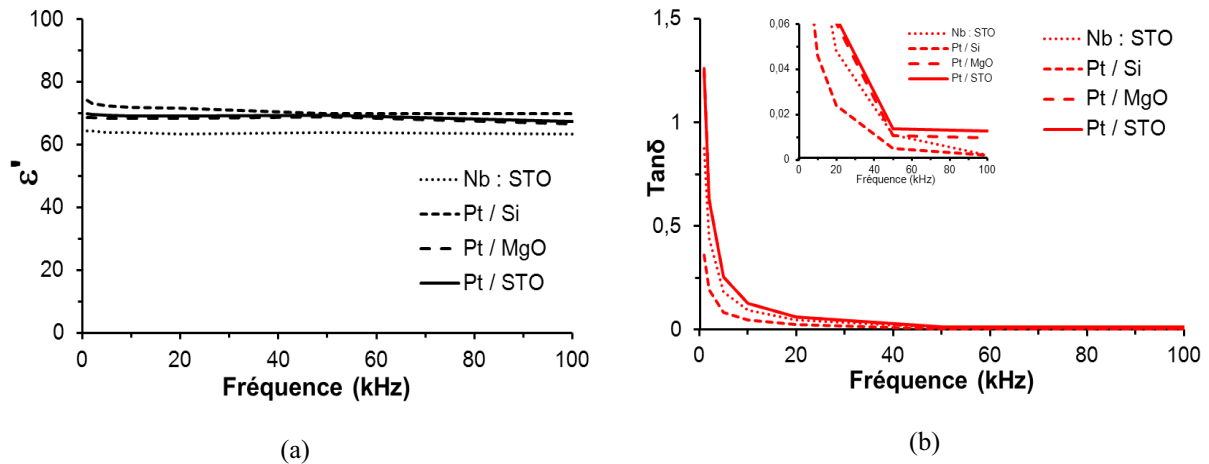
Dans ce paragraphe, nous présentons les résultats de la caractérisation diélectrique effectuée sur le matériau oxyde  $\text{LaTiO}$ . Rappelons que cette appellation a été donnée pour la phase oxyde qui n'a pas encore été clairement identifiée [15]. Ces films ont été caractérisés, comme pour le reste des compositions, en basses et hautes fréquences.

#### III.1. Mesures en basses fréquences

##### III.1.1. Détermination de $\epsilon'$ et de $\tan\delta$

La Figure IV-12 montre l'évolution des propriétés diélectriques ( $\epsilon'$  et  $\tan\delta$ ) de différents films  $\text{LaTiO}$  de même épaisseur (500 nm) déposés sur différents substrats conducteurs. Nous pouvons constater que l'allure de la variation des deux paramètres est identique pour l'ensemble des substrats utilisés et que les valeurs de  $\epsilon'$  sont assez proches sur tout le domaine de fréquence caractérisé, entre 60 et 75 de 1 à 100 kHz.

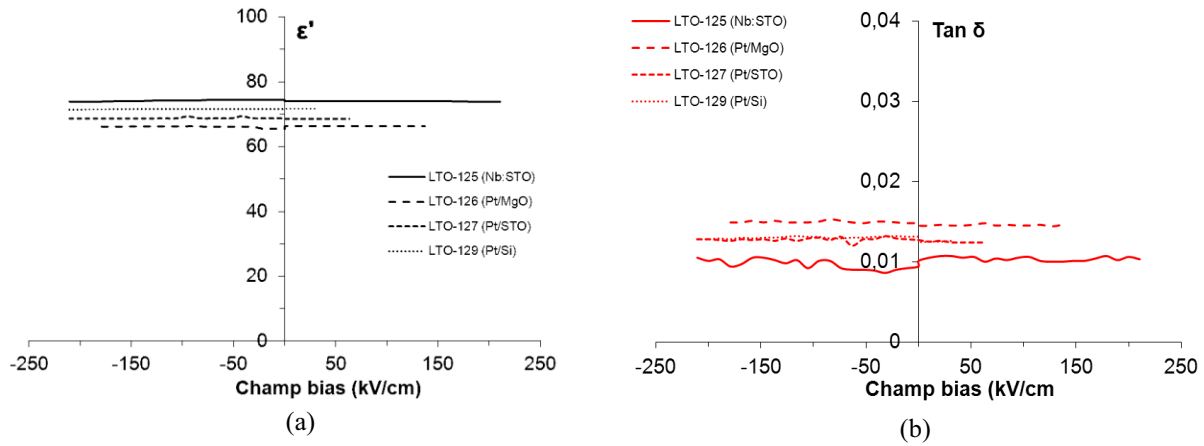
Concernant les tangentes de pertes, on observe, comme pour les films  $\text{LaTiO}_2\text{N}$ , une forte décroissance quand la fréquence augmente. Au-delà de 10 kHz, les tangentes de pertes sont proches, les valeurs atteintes sont très faibles, aux alentours de 0,01. Cependant, des différences sont observées d'un échantillon à l'autre en basses fréquences. Elles peuvent provenir du type de substrat utilisé. En effet, on observe des pertes plus importantes pour les films déposés sur substrats platinés Pt/MgO et Pt/SrTiO<sub>3</sub>, qui ne sont pas des substrats commerciaux (au contraire du Pt/Si). Cette différence peut avoir comme origine la diffusion et/ou la qualité de la couche de platine déposée par pulvérisation cathodique RF. La dispersion des valeurs de  $\tan\delta$  peut également provenir de l'incertitude de la mesure qui devient élevée pour ces fréquences de mesures faibles.



**Figure IV-12 - Variation de la constante diélectrique (a) et de la tangente des pertes (b) en fonction de la fréquence de films minces oxydes  $\text{LaTiO}$  déposés sur différents substrats conducteurs : Nb : SrTiO<sub>3</sub> (LTO-125), Pt / MgO (LTO-126), Pt / SrTiO<sub>3</sub> (LTO-127) et Pt / Si (LTO-129)**

### III.1.2. Mesure d'agilité

Une mesure d'agilité a été effectuée sur les différentes structures MIM, à base des films  $\text{LaTiO}$ , à la fréquence de 100 kHz. Contrairement au composé oxynitride, des caractérisations en présence d'un champ statique assez élevé ont pu être réalisées sur ces films oxydes qui sont considérés comme meilleurs isolants que leurs homologues oxynitrides [16]–[18]. La Figure IV-13 présente l'évolution de la constante diélectrique et de la tangente des pertes de ces films sous l'application d'un champ statique. Aucune agilité n'est observée, bien au contraire, ces films montrent des valeurs de  $\epsilon'$  et de  $\tan\delta$  très stables quel que soit le champ appliqué (champ maximum de  $\sim 210$  kV/cm). Cependant, des comportements différents sont observés selon le substrat utilisé. Le film déposé sur un substrat Nb:SrTiO<sub>3</sub> montre les pertes les plus faibles ainsi qu'une possibilité de polarisation élevée. Ceci est sûrement dû au fait que cet échantillon présente une meilleure qualité cristalline et sans doute une interface film/substrat avec moins de défauts que les substrats platinés. Ces derniers peuvent en effet avoir un effet de diffusion entre la couche platinée et le film, ce qui augmenterait les pertes et donc diminuerait la valeur du champ statique maximum que peuvent supporter les échantillons.



**Figure IV-13 - Variation de la constante diélectrique (a) et de la tangente des pertes (b) en fonction d'un champ continu appliqué à 100 kHz de films minces oxydes  $LaTiO$  déposés sur différents substrats conducteurs : Nb :  $SrTiO_3$  (LTO-125), Pt /  $MgO$  (LTO-126), Pt /  $SrTiO_3$  (LTO-127) et Pt / Si (LTO-129)**

### III.2. Mesures en hautes fréquences

La caractérisation diélectrique en hautes fréquences des films  $LaTiO$  a été réalisée sur les dispositifs MIM et ligne coplanaire. Dans ce qui va suivre, nous présentons tout d'abord les résultats obtenus par le dispositif MIM et sa retro-simulation, puis l'extraction des caractéristiques diélectriques à partir des dispositifs coplanaires par les deux méthodes NRW et multi-ligne, ainsi que leurs rétro-simulations.

#### III.2.1. Mesures en structure MIM (HF)

##### III.2.1.1. Détermination de $\epsilon'$ et de $\tan \delta$

La mesure en hautes fréquences des films  $LaTiO$  en structure MIM est présentée Figure IV-14. Celle-ci montre la variation, en fonction de la fréquence et aussi de l'épaisseur du film, de la constante diélectrique et de la tangente des pertes. Nous pouvons constater qu'aucune variation n'est à noter en fonction des épaisseurs sur les caractéristiques diélectriques des films  $LaTiO$ . La valeur de  $\epsilon'$  (à 10 GHz) est comprise entre 60 et 65 et reste quasiment stable sur toute la gamme de fréquence étudiée. La tangente de pertes quant à elle augmente en fonction de la fréquence. Ce comportement est sûrement dû à l'effet inductif de la métallisation de la structure MIM, qui augmente en fonction de la fréquence [10], [19]. La valeur des pertes, à 10 GHz, reste néanmoins inférieure à 0,025. Rappelons ici, que la rétro-simulations nous avait montré que la limite de cette technique de caractérisation se situe à cette fréquence (Paragraphe I.2.1.2).

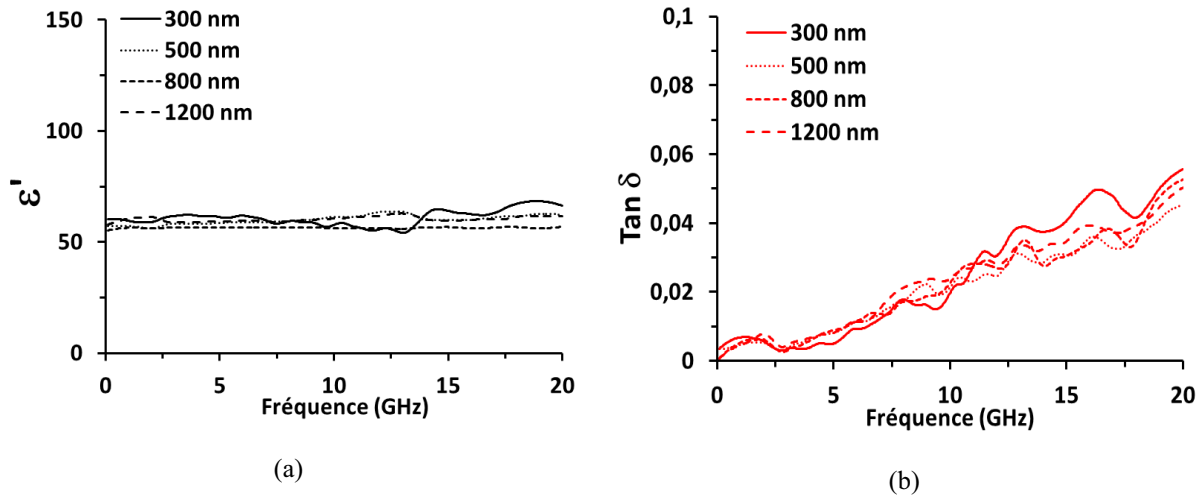


Figure IV-14 - Variation de la constante diélectrique (a) et de la tangente des pertes (b), en fonction de la fréquence, de films minces oxydes LaTiO de différentes épaisseurs, déposés sur substrat Pt/Si : LTO-85 (300 nm), LTO-123(500 nm), LTO-118(800 nm) et LTO-114(1200 nm)

La Figure IV-15 montre l'évolution des caractéristiques diélectriques des films LaTiO en fonction de la fréquence, cette fois ci pour différents substrats. Ces résultats montrent des valeurs différentes suivant le substrat utilisé. Tout d'abord, la constante diélectrique de la couche mince déposée sur Pt/MgO est plus élevée que celles des films déposés sur Pt/Si ou sur Nb:SrTiO<sub>3</sub>. Cette différence n'est pas expliquée à l'heure actuelle. Les pertes diélectriques de ces couches minces montrent elles aussi des valeurs différentes. Les pertes sont plus élevées dans le cas d'un substrat Nb:SrTiO<sub>3</sub>. Des valeurs similaires de pertes ont été extraites des différentes capacités mesurées sur ce même substrat (Figure IV-16). Ceci pourrait s'expliquer par la faible conductivité du substrat qui constitue l'électrode inférieure du condensateur MIM, comparée à la conductivité des couches de platine des autres substrats. Les pertes mesurées incluraient donc les pertes de l'électrode inférieure, ces dernières n'ayant pu être éliminées par la correction apportée par l'introduction de la résistance  $R_{eq}$  (Chapitre II, Paragraphe III.2.1).

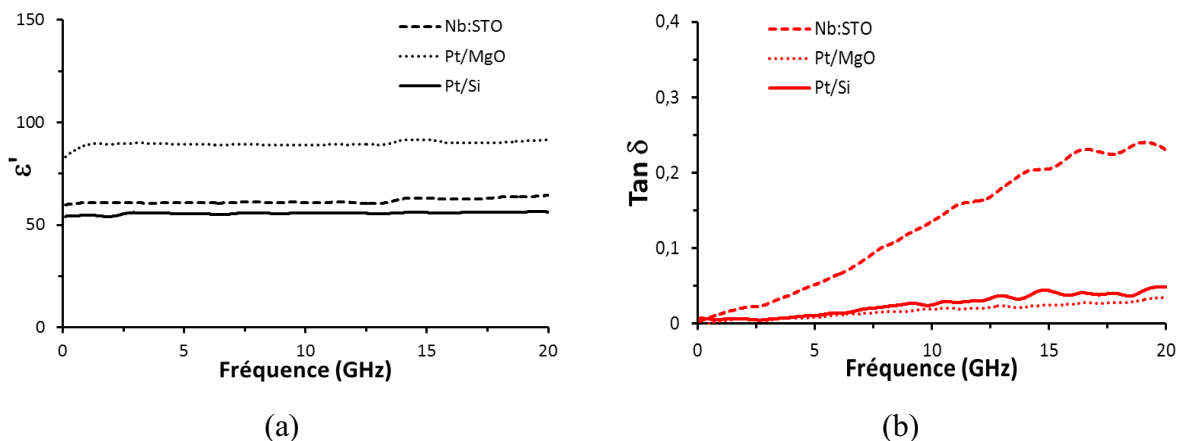


Figure IV-15 - Evolution de la constante diélectrique (a) et de la tangente des pertes (b) en fonction de la fréquence, des films minces oxydes LaTiO déposés sur différents substrats : LTO-120(Nb:SrTiO<sub>3</sub>), LTO-121(Pt/MgO) et LTO-123(Pt/Si)



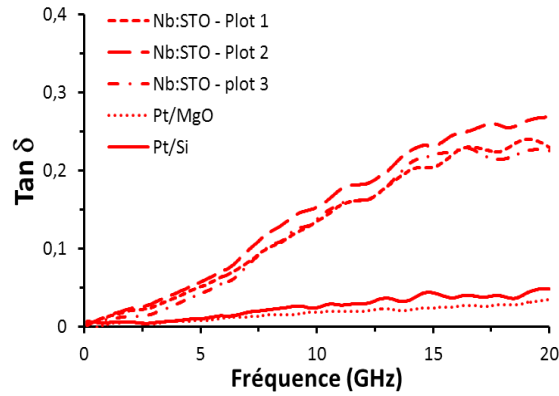


Figure IV-16 - Evolution de la tangente des pertes en fonction de la fréquence, des films minces oxydes LaTiO déposés sur différents substrats : LTO-120(Nb:SrTiO<sub>3</sub>), LTO-121(Pt/MgO) et LTO-123(Pt/Si)

### III.2.1.2. Retro-simulation de la structure MIM (HF)

La simulation numérique de la capacité MIM avec Ansys HFSS [9] a été effectuée en utilisant les caractéristiques diélectriques mesurées en fréquence de la couche LTO-85 et les dimensions réelles des électrodes réalisées. La Figure IV-17 présente les résultats expérimentaux ainsi que les résultats de la simulation. La distribution du champ hyper fréquence sur la structure est aussi représentée.

Les résultats sont assez proches entre mesure et simulation pour la gamme de fréquence inférieure à 10 GHz, un écart apparaît au-delà de cette fréquence pour la partie imaginaire. Ce résultat a été déjà observé précédemment (paragraphe I.2.1.2). Cet écart est dû au fait que les effets parasites (inductifs) sont plus importants en hautes fréquences et que la correction apportée par  $R_{eq}$  devient insuffisante [10], [11]. La Figure IV-17 montre aussi que le champ électrique est confiné au bord de la pastille centrale et au bord intérieur de l'électrode circulaire extérieure. Ce résultat confirme que la largeur de l'électrode extérieure a très peu d'importance et que la valeur de la capacité totale est proche de celle formée par l'électrode centrale.

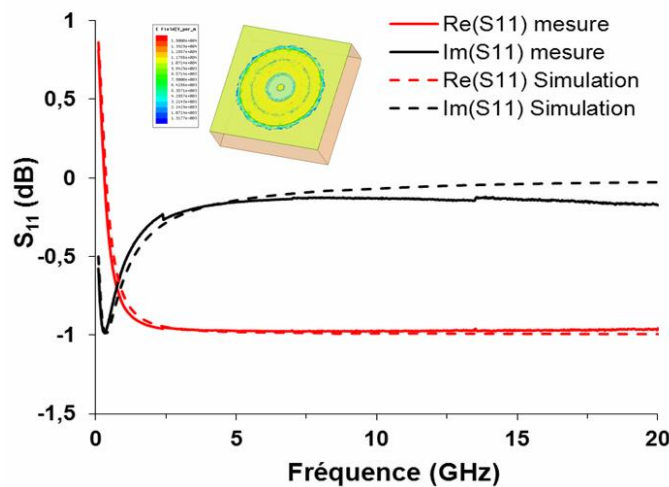
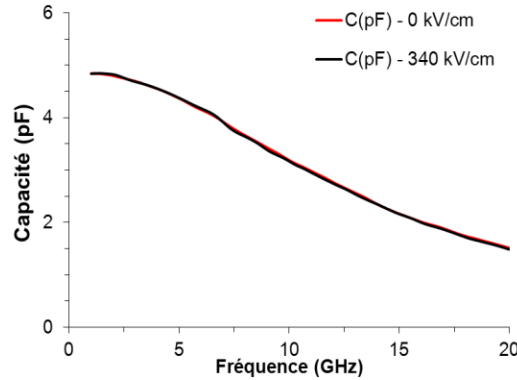


Figure IV-17 - Résultats de simulation et de mesure de la partie réelle et imaginaire du paramètre  $S_{11}$  de la capacité MIM et distribution du champ hyperfréquence dans la structure (LTO-85)



### III.2.1.3. Mesure d'agilité

Une mesure d'agilité a été réalisée sur une structure MIM en hautes fréquences sur le composé *LaTiO*. La Figure IV-18 montre l'évolution de la capacité du film LTO-138 en fonction de la fréquence sous champ statique de 0 et 340 kV/cm. Aucune variation de la capacité n'est observée, ce qui témoigne d'une absence d'agilité de ce composé. Ce résultat était attendu, car en basses fréquences aucune agilité n'avait été notée sur les films *LaTiO*.



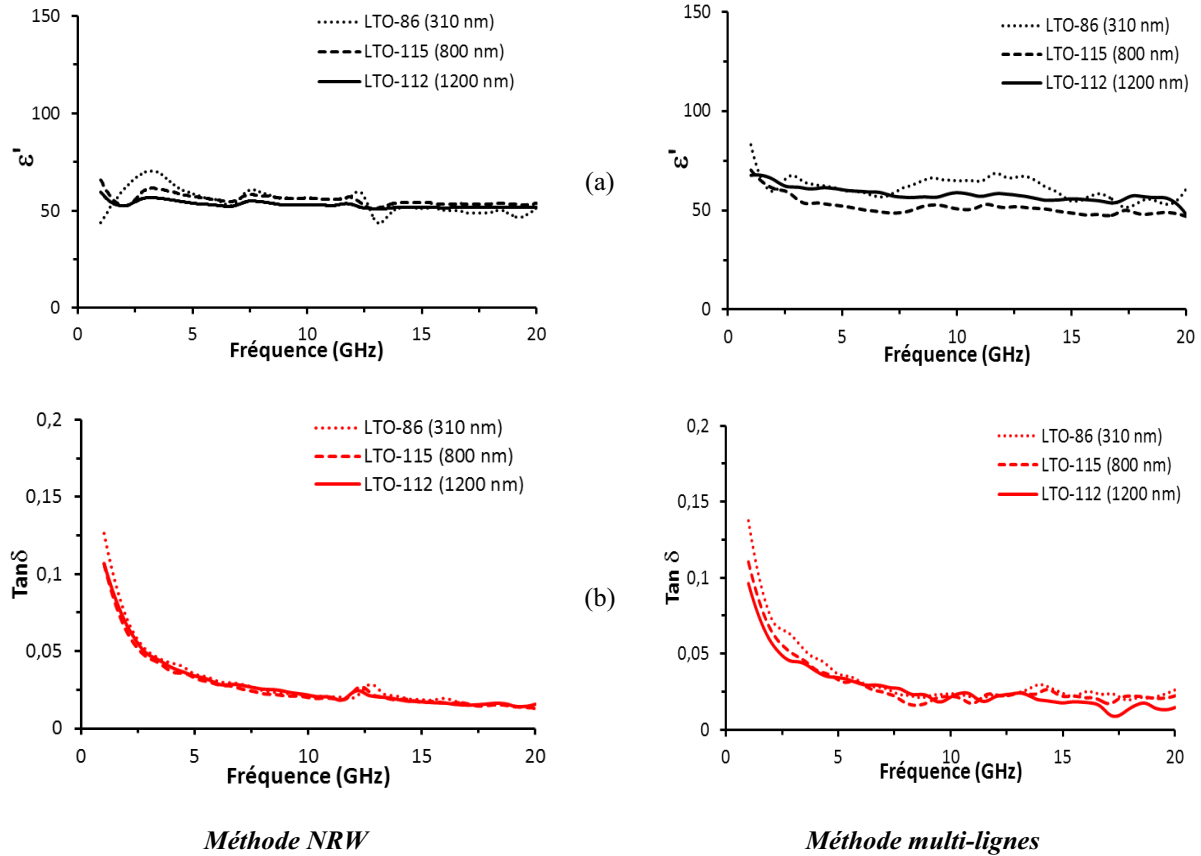
**Figure IV-18 - Evolution de la capacité MIM, en fonction de la fréquence, avec et sans champ statique appliqué, pour un film de composition *LaTiO* (LTO-138)**

### III.2.2. Mesures en structure coplanaire

La caractérisation diélectrique en hautes fréquences des films *LaTiO* a été réalisée comme précédemment sur des dispositifs coplanaires, ligne de transmission et résonateur à double stubs (Figure IV-7). Les paragraphes qui suivent montrent les résultats d'extraction des propriétés diélectriques à partir des mesures des paramètres  $S_{11}$  et  $S_{21}$  par les deux méthodes NRW et multi-lignes, ainsi qu'un résultat de rétro-simulation pour valider ces valeurs extraites.

#### III.2.2.1. Extraction de $\epsilon'$ et de $\tan\delta$

La Figure IV-19 montre l'évolution de  $\epsilon'$  et  $\tan\delta$ , en hautes fréquences, de films minces *LaTiO* présentant différentes épaisseurs (310, 800 et 1200 nm). Nous pouvons observer que  $\epsilon'$  et  $\tan\delta$  restent similaires, signe d'une reproductibilité de dépôt de cette phase avec des propriétés identiques, mais aussi une non-dépendance des propriétés diélectriques de ces oxydes en fonction de l'épaisseur.



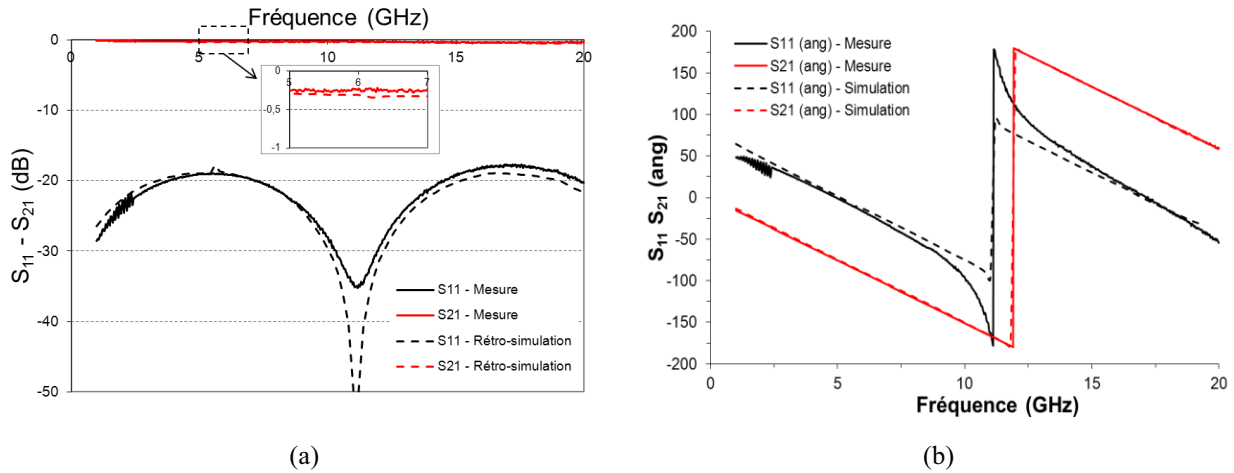
**Figure IV-19 - Evolution de la constante diélectrique (a) et de la tangente des pertes (b), en fonction de la fréquence, des films minces oxydes  $LaTiO$  par la méthode NRW et la méthode multi-lignes LTO-86 (310 nm), LTO-115 (800 nm) et LTO-112 (1200 nm)**

Par ailleurs, une petite différence est à noter sur l'extraction du  $\epsilon'$  par les deux méthodes utilisées, ceci est sans doute dû au fait que la méthode multi-lignes est capable d'éliminer les effets parasites et les défauts de la calibration. De plus, la méthode multi-lignes présente des valeurs plus proches de celles déduites par la mesure en structure MIM. A 10 GHz, les valeurs de  $\epsilon'$  extraites sont comprises entre 50 et 75 pour les films présentés.

Concernant les tangentes de pertes, les deux méthodes d'extraction donnent le même résultat : des pertes très faibles sont observées sur ce matériau  $LaTiO$  ( $\tan \delta \sim 0,02$  à 10 GHz). L'allure des courbes est différente par rapport à celle obtenue précédemment par la caractérisation en hautes fréquences sur structure MIM. Ceci est sûrement dû à deux effets séparés : i) l'épaisseur de la métallisation, optimisée pour une caractérisation en coplanaire à 10 GHz, fait que les pertes métalliques deviennent importantes à faibles fréquences, ii) la structure MIM est adaptée à une mesure dans la gamme de fréquence inférieure à 10 GHz car les effets inductifs deviennent prépondérant au-delà de cette fréquence. Néanmoins, les valeurs de pertes restent de même ordre de grandeur que celles mesurées en MIM.

### III.2.2.2. Rétro-simulation de la structure coplanaire

Une rétro-simulation, utilisant les caractéristiques diélectriques du film LTO-112 a été réalisée. La Figure IV-20 montre un bon accord entre la rétro-simulation et les mesures expérimentales. En regardant les courbes de  $S_{11}$ , nous observons que les fréquences de résonance de la ligne CPW en mesure et en simulation correspondent parfaitement. Ceci signifie que la valeur de la constante diélectrique réelle de la couche mince est très proche de celle obtenue par la mesure. De même, les courbes similaires de  $S_{21}$  montrent que les valeurs de tangente de pertes très faibles obtenues pour cet échantillon sont celles du matériau *LaTiO*.



**Figure IV-20 - Rétro-simulation d'une ligne CPW avec  $\epsilon'$  et  $\tan\delta$  extraites des mesures, en fonction de la fréquence (LTO-112), a) le module et b) la phase**

L'utilisation de ce résultat de rétro-simulation pour l'extraction des valeurs de la constante diélectrique et de la tangente de pertes de film LTO-112 a permis d'obtenir des résultats très similaires aux résultats de mesure. La Figure IV-21 compare les propriétés de la couche LTO-112 obtenues directement de la mesure et celles obtenues de la rétro-simulation des paramètres  $S_{11}$  et  $S_{21}$  de ce film. Ceci confirme que les propriétés diélectriques obtenues sont celles de la couche mince LTO-112.

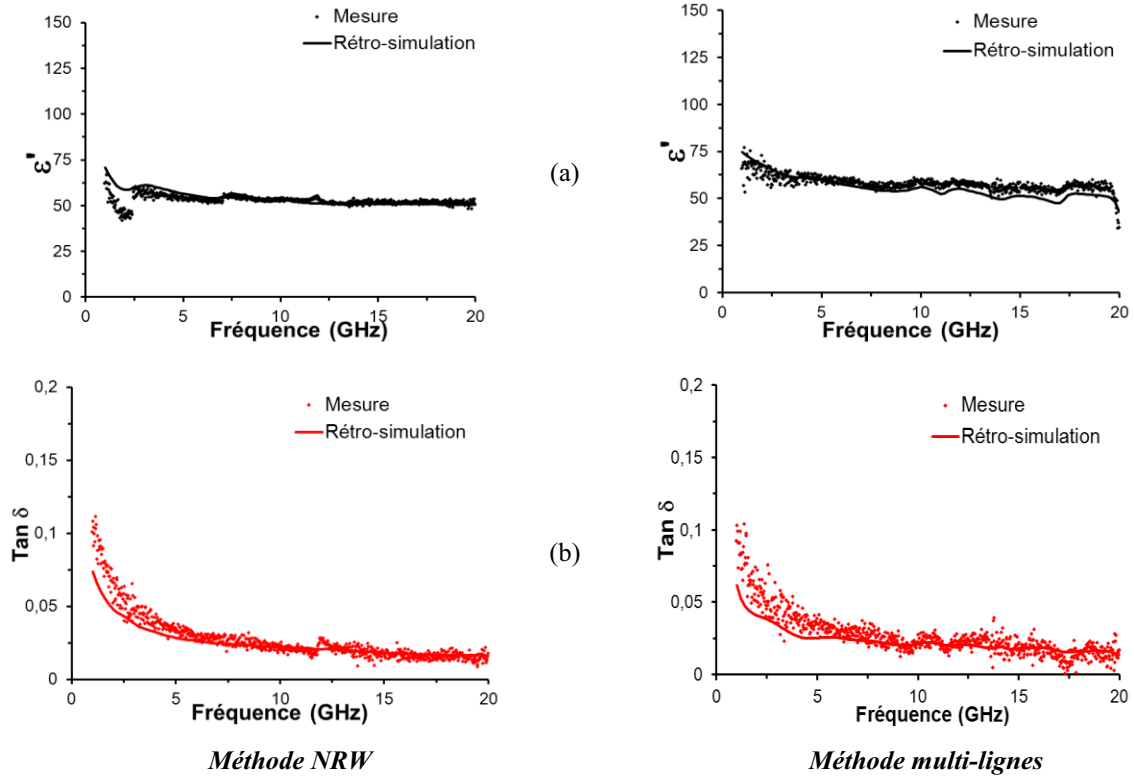


Figure IV-21 - Réextraction de  $\epsilon'$  (a) et de  $\tan \delta$  (b) par les méthodes NRW et multi-lignes (LTO-112)

### III.2.2.3. Mesure d'agilité

Une mesure d'agilité a été réalisée sur une structure coplanaire en hautes fréquence avec le composé *LaTiO*. La Figure IV-22 montre l'évolution, en fonction de la fréquence et pour un champ statique de 0 et 88 kV/cm, du paramètre  $S_{21}$  d'un résonateur à double stubs réalisé sur le LTO-112. Aucune variation n'est observée, ceci traduit une absence d'agilité du composé *LaTiO*. Ce comportement était attendu, d'autant plus que la valeur du champ dans le cas d'une structure coplanaire (88 kV/cm) est plus faible que celle de la structure MIM (340 kV/cm). Ceci est dû à la largeur des gaps qui est ici d'environ 20  $\mu\text{m}$  (Voir Figure III-20) et qui ne permet pas d'atteindre des champs plus élevés.

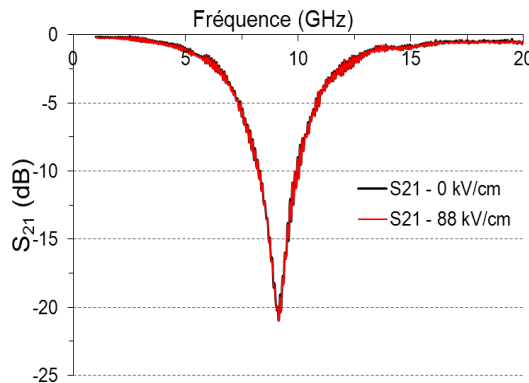


Figure IV-22 - Variation du paramètre  $S_{21}$ , en fonction de la fréquence, d'un résonateur à double stubs avec et sans champ statique appliqué, pour un film *LaTiO* (LTO-112)

## IV. PROPRIETES DIELECTRIQUES DES FILMS MINCES

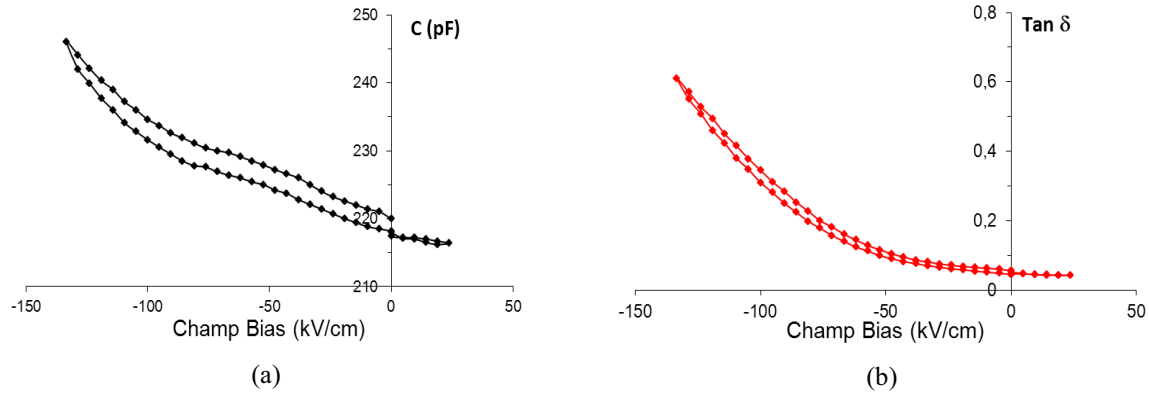
### OXYDES $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$

Dans ce paragraphe, nous présentons les résultats de la caractérisation diélectrique basses et hautes fréquences des films oxydes  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ . Il faut noter que cette composition est reportée comme ferroélectrique dans la littérature, avec une température de Curie de 1450°C [20].

#### IV.1. Résultats de mesure en basses fréquences

La Figure IV-23 montre l'allure de la capacité et des tangentes de pertes, en fonction d'un champ statique appliqué, d'un film  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  (LTON-592) déposé sur Pt/Si. Ce résultat montre un comportement différent de celui observé sur les films oxydes  $\text{LaTiO}$ , pour lesquels la capacité, la constante diélectrique ainsi que les pertes diélectriques présentaient des valeurs très stables sous l'application d'un champ. Le comportement du film  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  est aussi différent de celui observé sur les oxynitrures  $\text{LaTiO}_2\text{N}$ , pour lesquels la valeur de constante diélectrique montrait une accordabilité symétrique en fonction du champ statique. Ici, le comportement ressemble plutôt à celui d'une structure MOS (Métal-Oxyde-Semiconducteur) et non pas à celui d'une capacité MIM. La variation de la capacité d'une structure MOS en fonction de la tension est représentée, dans le cas idéal, par trois tronçons de courbes. Le premier tronçon, situé dans les tensions négatives, est celui pour lequel la capacité mesurée est directement reliée à la constante diélectrique de l'isolant selon l'équation (2.55) du chapitre 2, paragraphe III.3. Le second tronçon est celui où la capacité diminue quand la tension devient positive : il représente la capacité équivalente entre l'isolant et le semi-conducteur qui sont en série. Le dernier tronçon est celui pour lequel la capacité est minimale, qui correspond à la création d'une couche d'inversion par accumulation d'électrons à l'interface isolant/semi-conducteur [21].

La courbe que nous avons obtenue avec le film LTON-592 est similaire à l'allure des courbes  $C(V)$  des structures MOS. Pourtant, dans notre cas, le substrat utilisé est un conducteur et non pas un semi-conducteur. Ceci nous conduit à penser que le film déposé est peut être formé de deux sous-couches, une couche isolante et une couche semi-conductrice. Rappelons ici que ce film a été obtenu dans des conditions de dépôt spécifiques : à partir de la cible oxynitrure et en présence d'eau dans l'enceinte, source d'oxygène pour produire un film oxyde (Chapitre 3, paragraphe III.3). La couche isolante serait du  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  déposé tant que  $\text{H}_2\text{O}$  désorbe de la cible ; la couche semi-conductrice serait du  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  obtenue quand la cible ne contient plus d'eau résiduelle.

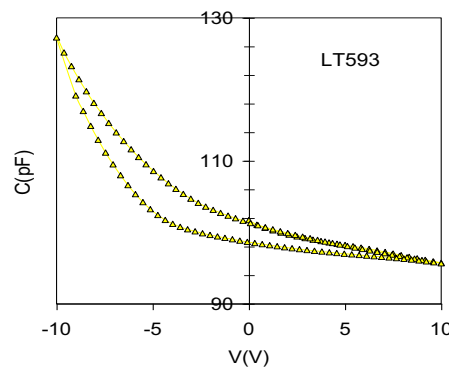


**Figure IV-23 - Variation, en fonction du champ statique et à 100 kHz, de la capacité (a) et de la tangente de pertes (b) du film  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  déposé sur substrat Pt/Si (LTON-592)**

Concernant la valeur de  $\tan \delta$  (Figure IV-23b), celle-ci évolue sous l'application d'un champ statique, de la même façon que la capacité. Ceci est dû aux pertes induites par le matériau diélectrique, mais aussi à la proportion de la couche semi-conductrice de la structure MOS. Par ailleurs, il faut noter que pour ce type de dispositif (MOS), il est plus juste de représenter une variation de courant de fuite de la structure que des pertes relatives au matériau diélectrique [21].

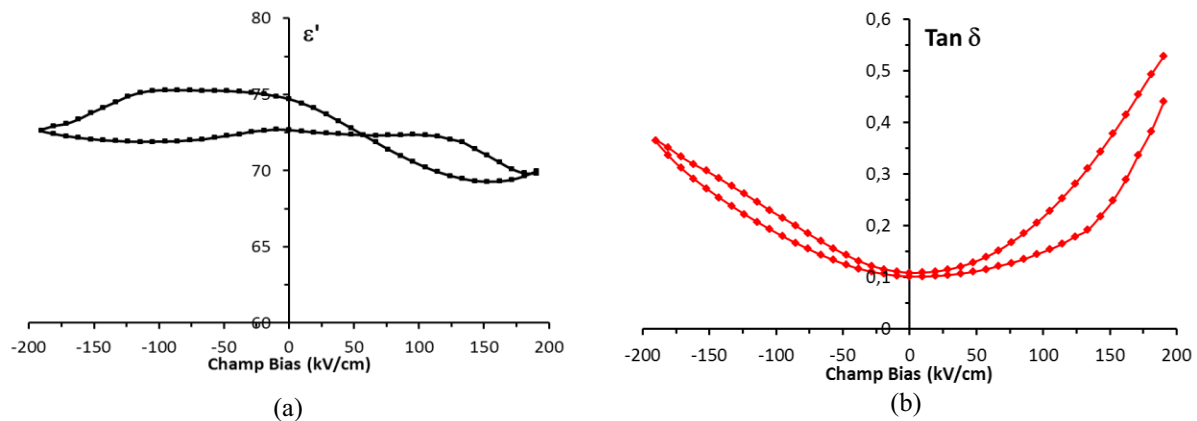
La variation sous champ continu de la capacité de l'échantillon LTON-592 serait donc représentative d'une structure MOS et ne peut donc être attribuée à une accordabilité de la constante diélectrique  $\epsilon'$  du matériau  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ . Par contre, nous pouvons observer sur les courbes de la Figure IV-23 un cycle (une hystérèse en aller et retour) qui pourrait être significatif d'un comportement ferroélectrique, avéré pour cette composition, mais aussi à la présence de charges mobiles ou des pièges lents à l'interface oxyde / semiconducteur, souvent observée lors de la caractérisation  $C(V)$  d'une structure MOS [21].

Ce type de comportement a été observé sur un autre film (LTO-593), de même composition et même structure cristalline, mesuré au Laboratoire d'Etude des Matériaux et Composants pour l'Electronique à l'Université Côte d'Opale de Calais par le Dr. Didier Fasquelle. Sur la Figure IV-24, la variation de la capacité en fonction du champ statique appliqué montre un comportement MOS et aussi la présence d'un cycle.



**Figure IV-24 - Evolution de la capacité, à 100 kHz et en fonction de la tension statique appliquée, du film  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  déposé sur Nb:SrTiO<sub>3</sub> (LTON-593)**

Par ailleurs, une caractérisation réalisée par le Dr. Caroline Borderon de l'équipe Matériaux Fonctionnels de l'IETR de l'Université de Nantes, sur un autre film  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  (LTON-588) déposé sur substrat Pt /  $\text{SrTiO}_3$ , montre un comportement MIM et une accordabilité sous l'application d'un champ statique, mais également la présence d'un cycle en forme « ailes de papillon » (Figure IV-25), qui pourrait être significatif de la présence d'une ferroélectricité de cette phase oxyde. L'accordabilité de ce film, estimée à environ 8 % pour un champ continu de 190 kV/cm, est malheureusement accompagnée de pertes assez conséquentes  $\tan\delta \sim 0,1$  et 0,5 sous un champ statique de 0 et 190 kV/cm respectivement. Pour une raison que nous ne pouvons expliquer, le dépôt du film LTON-588 n'a pas donné lieu à la formation de sous-couches isolantes et semi-conductrices conduisant à une structure de type MOS.



**Figure IV-25 - Variation, en fonction du champ statique appliqué et à 10 kHz, de la constante diélectrique  $\epsilon'$  (a) et de la tangente de pertes  $\tan\delta$  (b) du film  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  (LTON-588) déposé sur Pt/ $\text{SrTiO}_3$**

## IV.2. Résultats des mesures en hautes fréquences

La caractérisation diélectrique en hautes fréquences des films  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  a été réalisée uniquement à partir des dispositifs coplanaires, ligne et résonateur à double stub. En effet, la caractérisation en structure MIM a montré des mesures très instables et des valeurs de  $\epsilon'$  très élevées et incohérentes. Pour ces raisons, la caractérisation en hautes fréquences en structure MIM des films  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  ne sera pas présentée ici.

### IV.2.1. Mesures en structure coplaire

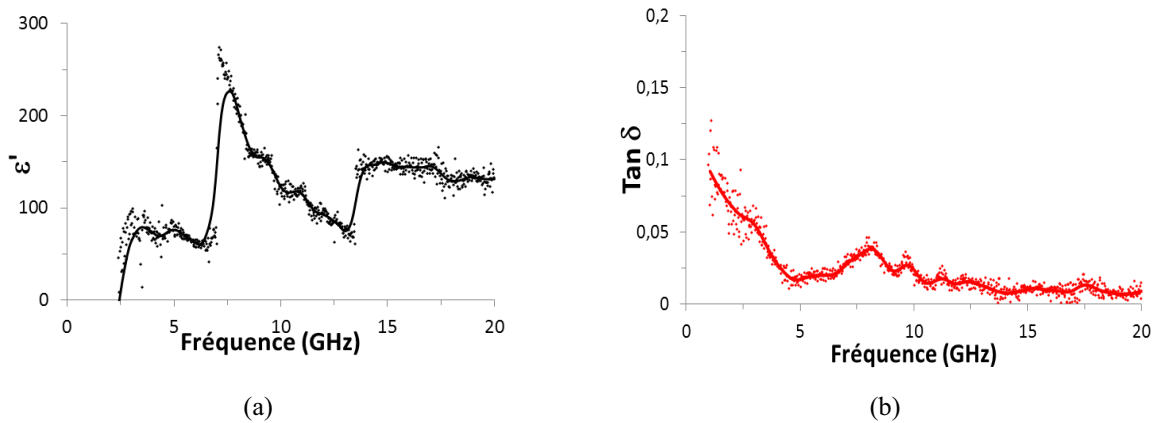
Dans cette partie du chapitre, nous allons présenter les résultats de caractérisation sur une structure coplaire qui a été réalisé sur le LTON-590, présentant la phase  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ .

#### IV.2.1.1. Extraction de $\epsilon'$ et de $\tan\delta$

La Figure IV-26 montre l'évolution des caractéristiques diélectriques de film  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  en fonction de la fréquence. Les pertes de ce film sont assez faibles,  $\tan\delta < 0,05$ , dans la gamme de fréquence 3 à 20 GHz. En dessous de 3 GHz, les pertes deviennent importantes mais sont sûrement dues aux pertes métalliques comme expliqué dans le Chapitre 3, paragraphe VI.2.1 ;

l'épaisseur de la métallisation de 2  $\mu\text{m}$  utilisée pour la réalisation des dispositifs étant optimisée afin de limiter l'effet de peau à une fréquence de travail de 10 GHz.

La variation de  $\epsilon'$  quant à elle présente des sauts. Ce résultat a été observé sur d'autres échantillons et pourrait provenir d'une calibration non optimisée. De plus, la taille de ces échantillons n'a pas permis la réalisation de différentes lignes CPW afin d'utiliser, pour l'extraction du  $\epsilon'$ , la méthode multi-lignes et s'affranchir ainsi des effets parasites de la calibration.



**Figure IV-26 - Variation de la constante diélectrique (a) et de la tangente des pertes (b), en fonction de la fréquence, de film mince oxyde  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  déposé sur substrat  $\text{MgO}$  (LTON-590)**

Compte tenu des variations importantes obtenues sur les résultats de  $\epsilon'$  et de  $\tan \delta$  des films  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ , lors de la caractérisation en hautes fréquences sur la structure coplanaire (Figure IV-26), la rétro-simulation à partir de ces données montre des résultats incohérents qui ne peuvent être présentés pour le moment. D'autres mesures, avec le même composé et la même structure, doivent être réalisées afin de confronter les mesures à la rétro-simulation.

#### IV.2.1.2. Mesure d'agilité

La Figure IV-27 montre la variation, en fonction de la fréquence, du paramètre de transmission  $S_{21}$  d'un résonateur à double stubs réalisé sur un film mince  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  (LTON-590). L'application d'un champ statique max de 46 kV/cm n'a pas permis de montrer une variation du paramètre  $S_{21}$  et donc une agilité de ce film en hautes fréquences. Rappelons que ce matériau (échantillon LTON-588) avait montré en basses fréquences une faible agilité et un cycle d'hystérésis, représentatifs d'une ferroélectricité. Il semble que le champ appliqué en hautes fréquences, compte tenu des largeurs de gap utilisées (26  $\mu\text{m}$ ), soit trop faible pour avoir une agilité détectable.



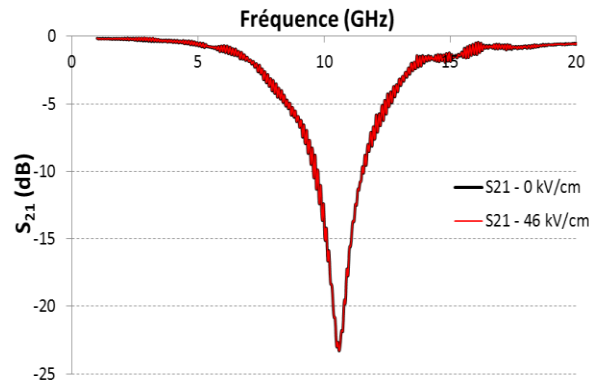


Figure IV-27 - Variation du paramètre  $S_{21}$ , en fonction de la fréquence avec et sans champ statique appliqué, d'un résonateur à stub réalisé sur un film  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  (LTON-590)

## V. CONCLUSION

Dans ce chapitre, grâce à la caractérisation de lignes coplanaires et de capacités MIM, les propriétés diélectriques en basses et hautes fréquences des films minces La-Ti-O-N ont été mesurées. Les résultats montrent des comportements très différents entre les couches oxydes et les couches oxynitrures.

La caractérisation des films oxynitrures  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  a montré que ce composé possède des valeurs de constante diélectrique élevées en basses fréquences (allant jusqu'à 1450 à 1 kHz). Cette constante diélectrique décroît très rapidement lorsque la fréquence de travail augmente (à 10 GHz : 59 en structure MIM et 94 en structure coplaire). Les pertes diélectriques montrent le même comportement, à savoir des valeurs très élevées en basses fréquences ( $\tan\delta \sim 16,70$  à 1 kHz), qui diminuent jusqu'à 0,18 en structure MIM et 0,015 en structure coplanaires (à 10 GHz). Ces valeurs sont très variables d'un échantillon à un autre, synonyme d'une dépendance importante et directe des caractéristiques diélectriques à la teneur en azote, la cristallisation et aussi à la présence de défauts dans la structure. Une étude plus approfondie est nécessaire afin de pouvoir relier les variations observées aux caractéristiques physico-chimiques des films.

En basses fréquences, les couches minces  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  montrent une accordabilité assez importante sous l'application d'un champ statique modéré, mais les champs maxima applicables aux structures sont assez faibles à cause du caractère semi-conducteur de cette composition. En hautes fréquences, aucune agilité n'a été observée. De plus, aucun phénomène de relaxation n'a été observé en hautes ou en basses fréquences. Ceci confirme le fait que ces matériaux ne sont donc pas ferroélectriques.

Le composé nommé  $\text{LaTiO}$  montre, hormis une décroissance de la tangente des pertes à très faibles fréquences, une stabilité de ces caractéristiques diélectriques sur une large gamme de fréquence. Les valeurs de  $\epsilon'$  relevées sont de  $\sim 65$  à 100 kHz et de  $\sim 60$  à 10 GHz. Ce composé ne présente aucune agilité mais possède des valeurs de pertes diélectriques très faibles. Les valeurs de  $\tan\delta$  relevées sont inférieures à 0,01 et à 0,025 à 100 kHz et 10 GHz respectivement. Même si ce matériau n'est pas ferroélectrique, cette phase a été sélectionnée

pour être utilisée, dans la suite de ce travail, pour la réalisation d'une capacité localisée à faibles pertes dans des structures antennaires miniatures (Chapitre V).

Le composé  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  a montré un comportement différent des autres films caractérisés dans cette étude ( $\text{LaTiO}$  ou  $\text{LaTiO}_2\text{N}$ ). Certains films ont montré, lors de leurs caractérisation en basses fréquences et en structure MIM, des résultats représentatifs d'un dispositif MOS. D'autres films ont, par contre, mis en évidence la présence d'un cycle dans la variation de la capacité MIM sous champ statique, ce qui serait représentatif d'un comportement ferroélectrique. On rappelle que le composé  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  est considéré dans la littérature comme ferroélectrique avec une température de Curie très élevée ( $T_C = 1450^\circ\text{C}$ ). A température ambiante, le composé est donc dans son état ferroélectrique, mais très loin de la transition ferroélectrique/paraélectrique [20], [22], qui se traduit par des constantes diélectriques relativement basses ( $\sim 60$ ), mais aussi par une accordabilité assez faible de 8 % avec un champ statique de 190 kV/cm. Les pertes diélectriques de ce composé sont faibles,  $\tan\delta < 0,1$  à 10 kHz et  $< 0,025$  à 10 GHz, mais augmentent considérablement sous l'application d'un champ bias. Cette phase  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  n'a également pas montré d'agilité en hautes fréquences, mais ceci est sûrement dû à la faible valeur du champ continu, limité par le gap de la structure, appliqué lors de la caractérisation. Une mesure de l'agilité en hautes fréquences doit être faite sur une structure MIM afin de palier à cette valeur de champ faible.

Pour finir, il faut noter que la caractérisation diélectrique du composé  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  n'avait jamais été réalisée auparavant sur des films minces. Les quelques études diélectriques des oxynitrures perovskites sont d'ailleurs limitées au domaine des basses fréquences, par exemple [7], [8]. Nos résultats de la caractérisation diélectrique en basses et hautes fréquences des composés  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  aideront donc à enrichir la bibliographie de ces composés perovskites.

De même, la caractérisation diélectrique en hautes fréquences de films minces oxydes  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  n'a jamais été reportée. Les résultats présentés ici seront donc les premières caractéristiques diélectriques disponibles pour cette phase sous forme de couches minces. De même, nos travaux ont mis en évidence pour la première fois les très faibles pertes diélectriques de la nouvelle phase oxyde  $\text{LaTiO}$ , qui sera utilisée dans un démonstrateur antennaire dans le chapitre V suivant.



## REFERENCE

- [1] A. K. Jonscher, "A new understanding of the dielectric relaxation of solids," *J Mater Sci*, vol. 16, no. 8, pp. 2037–2060, Aug. 1981.
- [2] X. Z. Liu and Y. R. Li, "Dielectric properties of multilayered SrTiO<sub>3</sub> thin films with graded oxygen vacancy concentration," *Appl. Phys. A*, vol. 83, no. 1, pp. 67–72, Apr. 2006.
- [3] Y. Fukuda, H. Haneda, I. Sakaguchi, K. Numata, K. Aoki, and A. Nishimura, "Dielectric Properties of (Ba, Sr)TiO<sub>3</sub> Thin Films and their Correlation with Oxygen Vacancy Density," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 36, no. Part 2, No. 11B, pp. L1514–L1516, Nov. 1997.
- [4] Y. Segui and P.-J. Vuarchex, "Diélectriques Courants de conduction," *Techniques de l'ingénieur Matériaux isolants en électrotechnique*, vol. base documentaire : TIB255DUO., no. ref. article : d2301, 2013.
- [5] C. Carrétéro, "Hétérostructures d'oxydes de structure perovskite: Propriétés structurales et électroniques de l'interface LaAlO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub>," Université Pierre et Marie Curie, 2010.
- [6] D. Hu, M. Shen, and W. Cao, "Dielectric enhancement in interface-modified BaTiO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> multilayered films prepared by pulsed laser deposition," *Microelectronic engineering*, vol. 83, no. 3, pp. 553–556, 2006.
- [7] Y.-R. Zhang, T. Motohashi, Y. Masubuchi, and S. Kikkawa, "Sintering and dielectric properties of perovskite SrTaO<sub>2</sub>N ceramics," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 32, no. 6, pp. 1269–1274, Jun. 2012.
- [8] Y.-I. Kim, W. Si, P. M. Woodward, E. Sutter, S. Park, and T. Vogt, "Epitaxial Thin-Film Deposition and Dielectric Properties of the Perovskite Oxynitride BaTaO<sub>2</sub>N," *Chemistry of Materials*, vol. 19, no. 3, pp. 618–623, Feb. 2007.
- [9] Ansys, *Ansys HFSS*. 2012.
- [10] Zhengxiang Ma, A. J. Becker, P. Polakos, H. Huggins, J. Pastalan, Hui Wu, K. Watts, Y. H. Wong, and P. Mankiewich, "RF measurement technique for characterizing thin dielectric films," *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 45, no. 8, pp. 1811–1816, Aug. 1998.
- [11] S. Sheng, P. Wang, X. Y. Zhang, and C. K. Ong, "Characterization of microwave dielectric properties of ferroelectric parallel plate varactors," *J. Phys. D: Appl. Phys.*, vol. 42, no. 1, p. 015501, Jan. 2009.
- [12] M. Ouaddari, S. Delprat, F. Vidal, M. Chaker, and Ke Wu, "Microwave characterization of ferroelectric thin-film materials," *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, vol. 53, no. 4, pp. 1390–1397, 2005.
- [13] D. Logvinovich, L. Bocher, D. Sheptyakov, R. Figi, S. G. Ebbinghaus, R. Aguiar, M. H. Aguirre, A. Reller, and A. Weidenkaff, "Microstructure, surface composition and chemical stability of partly ordered LaTiO<sub>2</sub>N," *Solid State Sciences*, vol. 11, no. 8, pp. 1513–1519, 2009.
- [14] C. Huber, "Synthèse et caractérisation de nouveaux matériaux ferroélectriques accordables pour applications hyperfréquences," Thèse de l'Université Bordeaux I, 2013.

- [15] L. Yu, “Nouveaux matériaux pour antennes miniatures agiles en fréquence: synthèse et caractérisations diélectriques de films minces oxynitrides,” Thèse soutenue à Université de Rennes 1, 2012.
- [16] S. G. Ebbinghaus, H.-P. Abicht, R. Dronskowski, T. Müller, A. Reller, and A. Weidenkaff, “Perovskite-related oxynitrides—Recent developments in synthesis, characterisation and investigations of physical properties,” *Progress in Solid State Chemistry*, vol. 37, no. 2, pp. 173–205, 2009.
- [17] Y.-I. Kim and P. M. Woodward, “Syntheses and characterizations of complex perovskite oxynitrides  $\text{LaMg}_{1/3}\text{Ta}_{2/3}\text{O}_2\text{N}$ ,  $\text{LaMg}_{1/2}\text{Ta}_{1/2}\text{O}_{5/2}\text{N}_{1/2}$ , and  $\text{BaSc}_{0,05}\text{Ta}_{0,95}\text{O}_{2,1}\text{N}_{0,9}$ ,” *Journal of Solid State Chemistry*, vol. 180, no. 11, pp. 3224–3233, 2007.
- [18] Y.-I. Kim, P. M. Woodward, K. Z. Baba-Kishi, and C. W. Tai, “Characterization of the structural, optical, and dielectric properties of oxynitride perovskites  $\text{AMO}_2\text{N}$  (A= Ba, Sr, Ca; M= Ta, Nb),” *Chemistry of materials*, vol. 16, no. 7, pp. 1267–1276, 2004.
- [19] B. Ouagague, H. B. El-Shaarawy, S. Pacchini, S. Payan, A. Rousseau, M. Maglione, and R. Plana, “BST tunability study at DC and microwave frequencies by using IDC and MIM capacitors,” in *Microwave Conference Proceedings (APMC), 2010 Asia-Pacific*, 2010, pp. 1837–1840.
- [20] H. Yan, H. Ning, Y. Kan, P. Wang, and M. J. Reece, “Piezoelectric Ceramics with Super-High Curie Points,” *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 92, no. 10, pp. 2270–2275, 2009.
- [21] V. Edon, “Dépôt d’oxydes de grille par pulvérisation cathodique magnétron: corrélation entre les propriétés du plasma et celles des films déposés,” Université Paris-Sud, 2007.
- [22] D. Fasquelle, J. C. Carru, L. Le Gendre, C. Le Paven, J. Pinel, F. Cheviré, F. Tessier, and R. Marchand, “Lanthanum titanate ceramics: Electrical characterizations in large temperature and frequency ranges,” *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 25, no. 12, pp. 2085–2088, 2005.

## **Chapitre V**

# **REALISATION DES ANTENNES MINIATURES ET RECONFIGURABLES UTILISANT LES OXYDES *LaTiO* ET BST**



<b>I.</b>	<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>165</b>
<b>II.</b>	<b>ANTENNE NOTCH.....</b>	<b>165</b>
II.1.	Définition.....	165
II.2.	Influence des principaux paramètres de l'antenne .....	166
II.2.1.	Influence de la longueur de la fente ( $L_s$ ).....	167
II.2.2.	Influence de la largeur de la fente ( $W$ ) .....	168
II.2.3.	Influence de la position de l'excitation ( $a$ ) .....	168
II.2.4.	Influence de la longueur du stub ouvert ( $L_f$ ).....	169
II.2.5.	Influence du câble d'alimentation.....	169
II.3.	Choix des solutions pour la miniaturisation et l'agilité en fréquence.....	172
II.3.1.	Utilisation de substrat multicouche.....	172
II.3.2.	Utilisation de composant discret à base de couches minces .....	174
<b>III.</b>	<b>ANTENNES NOTCH MINIATURES UTILISANT DES CAPACITES MIM A</b>	
	<b>BASE DE COUCHE MINCE <i>LaTiO</i>.....</b>	<b>177</b>
III.1.	Conception d'antenne et intégration de la capacité .....	177
III.2.	Caractérisation de la capacité .....	179
III.3.	Caractérisation de l'antenne .....	180
III.3.1.	Prototypes et mesure d'impédance .....	180
III.3.2.	Facteur de Qualité.....	181
III.3.3.	Mesure de rayonnement.....	182
III.3.4.	Comparaison avec l'antenne utilisant une capacité CMS commerciale.....	183
III.4.	Conclusion.....	185
<b>IV.</b>	<b>ANTENNE NOTCH MINIATURE ET RECONFIGURABLE UTILISANT UN</b>	
	<b>VARACTOR A BASE DE COUCHE MINCE BST .....</b>	<b>186</b>
IV.1.1.	Modèle de simulation .....	186
IV.1.2.	Intégration du plan de masse .....	188
IV.2.	Réalisation de la couche mince BST et de la capacité localisée.....	191
IV.3.	Caractérisation expérimentale du prototype d'antenne réalisée .....	192
IV.3.1.	Caractérisation de la capacité localisée à base de film mince BST .....	193
IV.3.2.	Mesure de l'impédance et de l'agilité d'antenne .....	193
IV.3.2.1.	Mesure du coefficient de réflexion du prototype I .....	195
IV.3.2.2.	Mesure du coefficient de réflexion de prototype II .....	195
IV.3.3.	Mesure de rayonnement.....	198
IV.3.4.	Etude des sources de pertes .....	201
<b>V.</b>	<b>CONCLUSION.....</b>	<b>202</b>
	<b>RÉFÉRENCE.....</b>	<b>203</b>





## I. INTRODUCTION

Ce dernier chapitre est consacré à l'utilisation des matériaux couches minces *LaTiO* et BST pour réduire la taille électrique des antennes et leur apporter une agilité en fréquence. Nous rappelons ici que la composition *LaTiO* a été choisie pour la réalisation des prototypes d'antennes car elle a montré les plus faibles pertes diélectriques parmi les composés La-Ti-O-N.

Les matériaux utilisés dans ces travaux possèdent des fortes valeurs de permittivité et de faibles pertes diélectriques jusqu'à la dizaine de GHz. Ils ont également une faible épaisseur (matériaux en couches minces de quelques centaines de nanomètres). Ces considérations imposent un certain nombre de contraintes sur le choix du type d'antenne à réaliser. D'une part, la disponibilité du matériau uniquement en couches minces nous oriente vers les antennes imprimées. D'autre part, leurs propriétés diélectriques imposent une configuration spécifique des champs électriques. En effet, le choix d'une structure d'antenne est guidé par le besoin d'optimiser l'interaction entre le matériau et la répartition du champ électromagnétique dans le voisinage de cette antenne. Ainsi, et pour les deux raisons citées, une structure antennaire de base a été retenue pour cette étude. Elle a l'avantage d'être bien connue théoriquement et avoir fait déjà l'objet d'analyses théoriques. Il s'agit d'une antenne fente de type Notch [1] – [3].

## II. ANTENNE NOTCH

Dans cette partie, la structure d'antenne Notch, intégrée à un plan de masse de taille réduite, est présentée. L'influence des principaux paramètres structuraux de ce type d'antenne est étudiée pour évaluer ses perspectives de miniaturisation et d'agilité fréquentielle.

### II.1. Définition

Une antenne Notch (entaille), constituée d'une fente quart d'onde taillée dans un plan de masse métallique avec un côté ouvert sur le bord, est la structure complémentaire d'une antenne monopôle quart d'onde classique (Figure V-1). Ses propriétés sont en première approximation duales en termes d'impédance et de rayonnement. C'est la structure résonante ayant la longueur la plus courte existante [1]–[3].

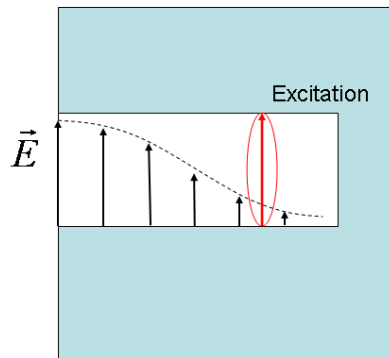


Figure V-1 - Antenne fente type Notch, mode résonant en quart d'onde

Ce type d'antenne est attractif pour une intégration dans les terminaux et permet une réduction du coût lié à sa fabrication directe sur un circuit imprimé servant également aux fonctions électroniques d'un dispositif. Cependant, les antennes type fente sont sensibles à leur environnement, en particulier, toute modification du plan de masse amène une altération du comportement de l'antenne [1].

Différentes études expérimentales montrent des perspectives intéressantes à l'utilisation d'antennes type fente dans les terminaux [4]. Mais dans la réalité, cette utilisation reste encore peu courante aujourd'hui. La Figure V-2 présente une antenne type fente 3D intégrée dans un terminal qui a été proposée dans [4].

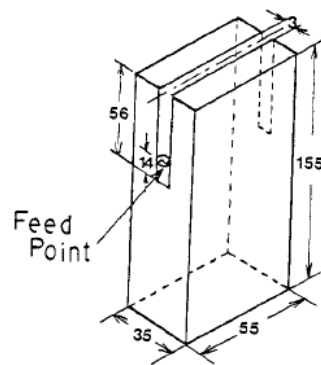
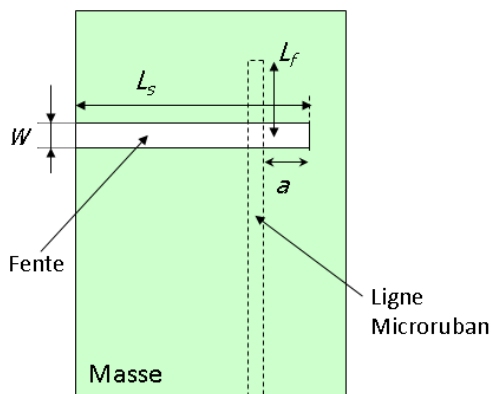


Figure V-2 - Antenne type fente 3D intégrée dans un terminal [4]

## II.2. Influence des principaux paramètres de l'antenne

Les principaux paramètres structuraux qui agissent sur les propriétés d'impédance de l'antenne sont présentés sur la Figure V-3, et se sont : la longueur ( $L_s$ ) et la largeur ( $W$ ) de la fente, la position d'excitation ( $a$ ) et de la longueur du stub ouvert ( $L_f$ ). Nous définirons ces grandeurs, et nous présenterons leur influence sur les propriétés de l'antenne dans les sections ci-dessous. Notre étude est basée sur les résultats d'une simulation, effectuée avec le logiciel commercial Ansys HFSS v13, d'une antenne Notch réalisée sur un substrat FR4 (couramment appelé verre époxy) de dimensions 50 mm x 110 mm x 0,8 mm. Cette antenne est excitée par une ligne microruban de 50  $\Omega$ . Le plan de référence de l'impédance se trouve au centre de la fente, sous la ligne microruban.



Avec :

$L_s$ , longueur de la fente ;

$W$ , largeur de la fente ;

$L_f$ , longueur du stub ouvert ;

$a$ , position de l'excitation.

Figure V-3 – Les principaux paramètres géométriques d'une antenne fente

### II.2.1. Influence de la longueur de la fente ( $L_s$ )

Dans ce paragraphe, nous étudions l'influence de la longueur de la fente ( $L_s$ ) sur la fréquence de résonance de l'antenne (Figure V-4). Les autres paramètres sont fixés à :  $W = 2$  mm,  $L_f = 18$  mm et  $a = 5$  mm.

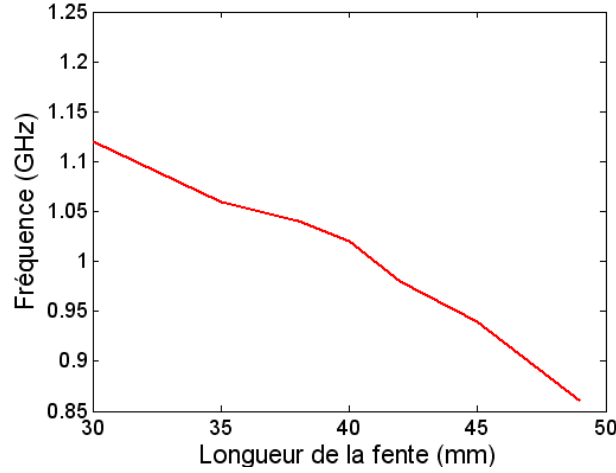


Figure V-4 : Evolution de la fréquence de résonance de l'antenne en fonction de la longueur de la fente ( $L_s$ )

La Figure V-4 montre que la fréquence de résonance de l'antenne suit une évolution approximativement linéaire et décroissante avec l'augmentation de la longueur de la fente. La courbe fluctue quand  $L_s$  est aux alentours de 40 mm. Ceci peut être expliqué comme suivant : pour une longueur inférieure à 35 mm les courants les plus forts sont concentrés autour de la fente rayonnante. A partir de 38 mm, les courants forts ne sont plus uniquement concentrés autour de la fente mais 's'étalent' sur le PCB (Printed Circuit Board), avec des niveaux significatifs sur les arêtes proches. La troncature du plan de masse contrarie la distribution des courants surfaciques, ce qui semble créer une fluctuation dans l'évolution de la fréquence de résonance avec la longueur de la fente. La Figure V-5 illustre ces propos.

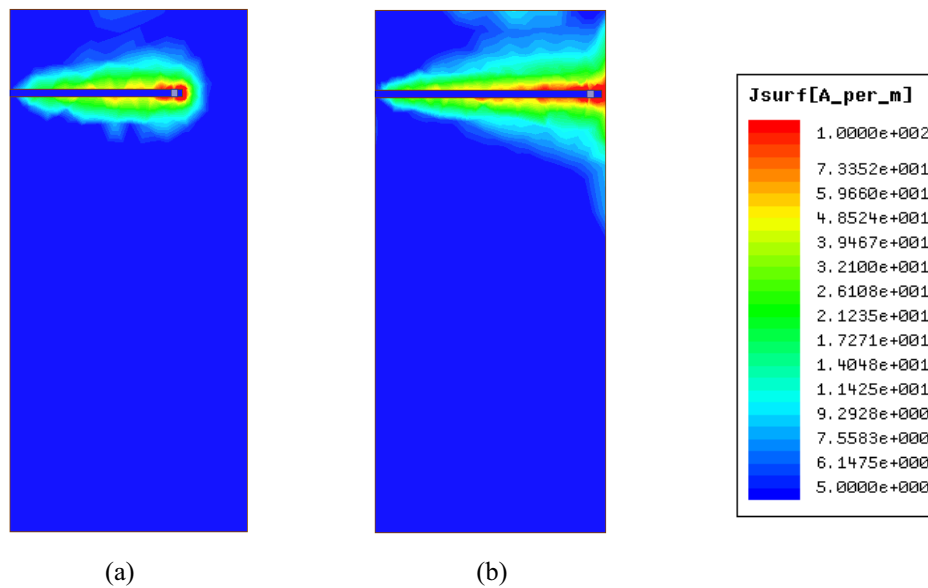
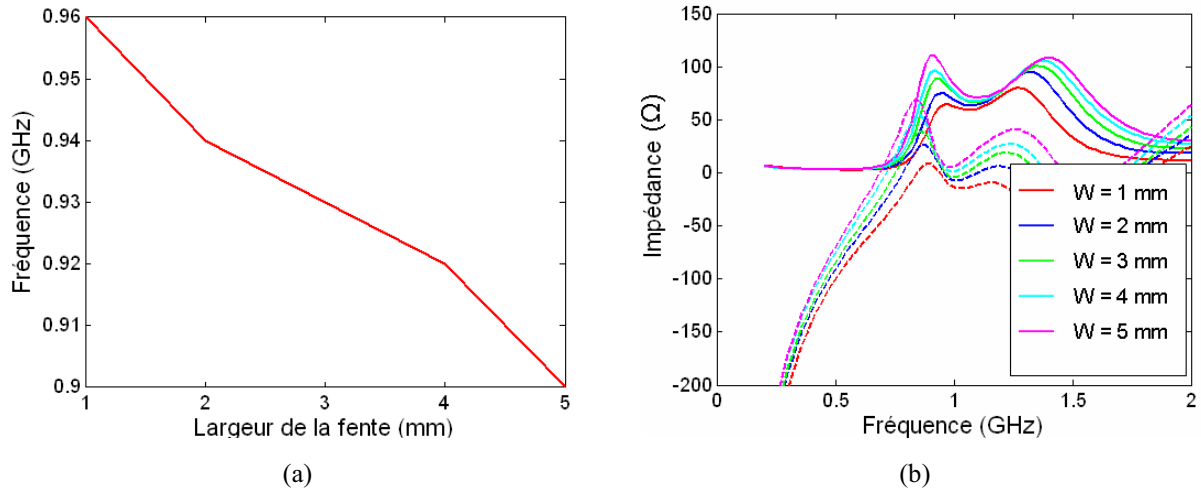


Figure V-5 : Densités surfaciques de courant pour  $L_s = 35$  mm (a) et  $L_s = 49$  mm (b)

### II.2.2. Influence de la largeur de la fente ( $W$ )

Dans ce paragraphe, nous étudions l'influence de la largeur de la fente  $W$  sur la fréquence de résonance (Figure V-6a) et l'impédance (Figure V-6b) de l'antenne. Les autres paramètres sont fixés à :  $L_s=44,6$  mm,  $L_f=18$  mm et  $a=12,6$  mm.



**Figure V-6 - Evolution de la fréquence de résonance en fonction de la largeur de la fente (a) et de l'impédance (partie réelle en trait continu, partie imaginaire en trait pointillé) en fonction de la fréquence pour plusieurs valeurs de  $W$  (b)**

La fréquence de résonance de la structure diminue de manière quasi linéaire avec l'augmentation de la largeur de la fente. Ceci est justifié par le fait que lorsque la largeur de la fente augmente, le trajet des courants autour de la fente est rallongé, d'où une augmentation de la longueur d'onde. Les courbes d'impédance montrent une variation plus grande avec une fente large, synonyme de bande passante potentiellement plus large, ce comportement est assez classique.

### II.2.3. Influence de la position de l'excitation ( $a$ )

L'excitation de la fente est effectuée par couplage électromagnétique de la ligne microruban placée à la distance  $a$  du côté "court-circuit" de la fente (d'autre mode d'excitation sont possible [5]). Pour cette étude les autres paramètres sont fixés aux valeurs suivantes :  $L_s=44,6$  mm,  $W=2$  mm et  $L_f=18$  mm.

La Figure V-7 présente l'évolution de l'impédance de l'antenne selon la position d'excitation. On peut constater que lorsque le port d'excitation est placé vers l'extrémité ouverte de la fente, les amplitudes des parties réelle et imaginaire sont plus élevées (lieu de haute impédance de la fente). Par contre la fréquence de résonance de l'antenne n'est pas affectée. Ceci nous permet d'adapter l'antenne à l'impédance que l'on désire (50  $\Omega$  typiquement) en modifiant la position de la source d'excitation.

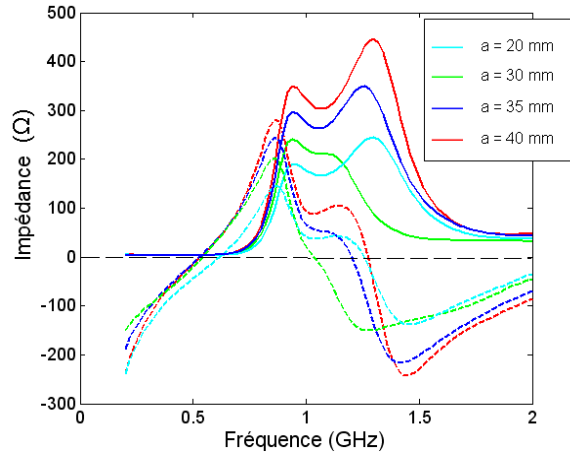


Figure V-7 : Influence de la position d'excitation sur l'impédance de l'antenne (partie réelle en trait continu et partie imaginaire en trait pointillé) pour plusieurs valeurs de  $a$

#### II.2.4. Influence de la longueur du stub ouvert ( $L_f$ )

La longueur du stub ouvert ( $L_f$ ) est la longueur de la ligne microruban à partir du centre de la fente. La Figure V-8 présente l'impédance de l'antenne pour différentes valeurs de  $L_f$ , les autres paramètres sont fixés pour cette simulation aux valeurs suivantes :  $L_s = 44,6$  mm,  $W = 2$  mm et  $a = 12,6$  mm.

Cette figure confirme que ce stub en circuit-ouvert de longueur  $L_f$  correspond à un dispositif d'adaptation d'impédance qui n'impacte que la partie imaginaire de l'impédance, la partie réelle ainsi que la fréquence de résonance de l'antenne ne sont pas affectées.

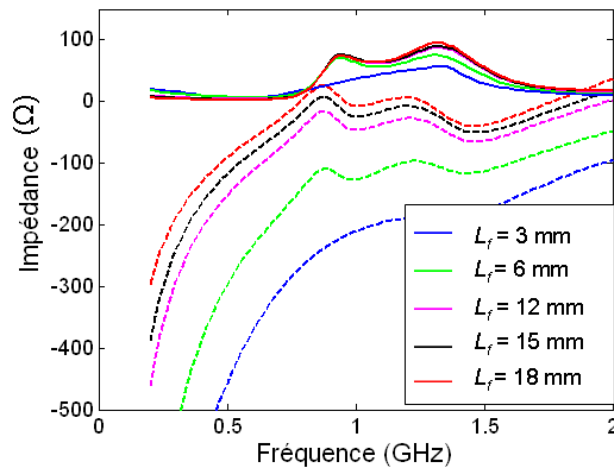


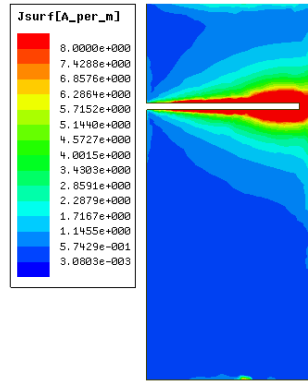
Figure V-8 - Influence de la longueur du stub sur l'impédance de l'antenne (partie réelle en trait continu et partie imaginaire en trait pointillé)

#### II.2.5. Influence du câble d'alimentation

La mesure des antennes « électriquement petites », avec les méthodes classiques dite invasives qui utilisent un câble coaxial de mesure est souvent délicate. L'une des raisons de cette difficulté est les perturbations introduites par le câble de mesure, lesquelles viennent interagir avec les champs réactifs de l'antenne et modifient structurellement le plan de masse

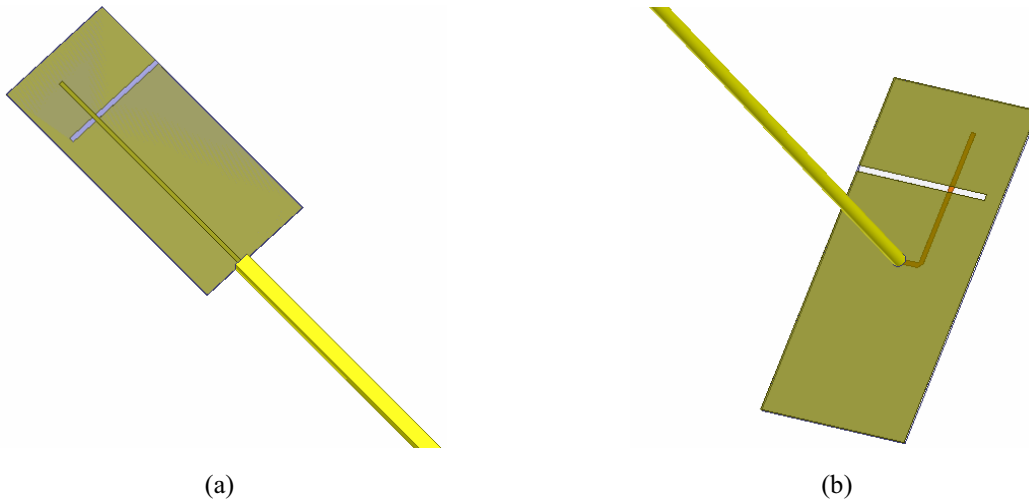
de l'antenne. Dans ce travail de thèse, nous proposons une procédure permettant de réduire l'influence du câble lors de la mesure de l'antenne. Elle consiste dans un premier temps, à étudier en simulation les perturbations engendrées par le câble coaxial de mesure, et ensuite d'essayer de trouver une position optimale qui minimise ces effets.

La Figure V-9 présente la distribution du courant de surface de la structure antennaire. Nous pouvons constater que le courant est maximal principalement autour de la fente et aux bords du plan de masse.



**Figure V-9 – Distribution du courant surfacique de la structure antenne Notch**

A partir de cette observation, nous proposons dans cette partie d'étudier deux configurations pour le raccord du câble coaxial (Figure V-10). La première cherche à éloigner le câble de la fente, la seconde propose une disposition du câble au centre du plan de masse, où le courant est minimal, avec une orientation orthogonale vis-à-vis du champ électrique rayonné par l'antenne.



**Figure V-10 – Antenne avec câble de mesure a) au bord et b) au centre du plan de masse**

La Figure V-11 montre l'influence de la position du câble coaxial sur la fréquence et l'impédance de l'antenne pour les deux configurations. La solution proposée avec le câble orthogonal au centre du plan de masse montre une moindre influence sur l'impédance. Cette observation peut s'expliquer par le fait que, comme les courants surfaciques significatifs sont

présents plutôt sur les bords du plan de masse, en connectant le câble sur une arête du plan de masse, on modifie alors sa géométrie, ce qui perturbe la distribution des courants et en conséquence, l'impédance de l'antenne est affectée. En revanche, quand le câble est placé au centre du plan de masse, il va avoir très peu d'influence sur la distribution des courants de surface, et donc sur le comportement de l'antenne est minimisé. Son orientation orthogonale à la polarisation principale de l'antenne contribue à minimiser encore plus son influence sur l'impédance.

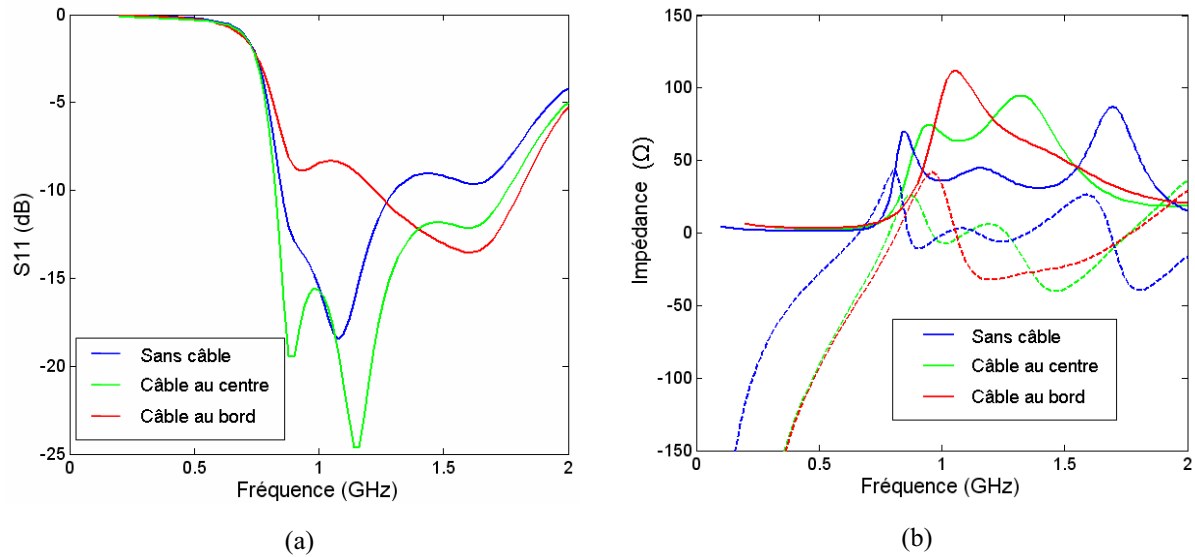


Figure V-11 – a) le coefficient de réflexion  $S_{11}$  (dB) et b) l'impédance (partie réelle en trait continu et partie imaginaire en trait pointillé) avec et sans câble

Il faut noter également que la présence du câble affecte le diagramme de rayonnement de l'antenne. (Figure V-12). En effet, on constate que cet effet est moindre dans le cas où le câble est placé au centre du plan de masse tandis que lorsque le câble est connecté au bord du plan de masse, le rayonnement est complètement perturbé. Nous retenons donc la position centrée du câble de mesure pour les réalisations pratiques d'antenne.

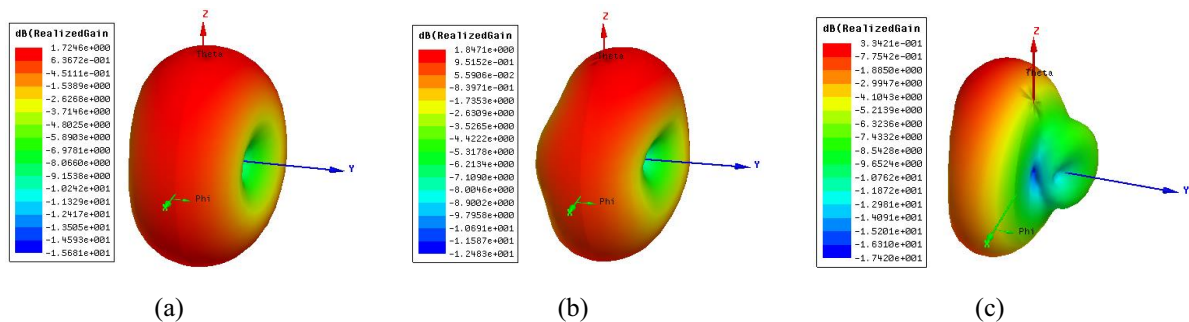


Figure V-12 – Simulation de gain d'antenne en 3D à 860 MHz a) sans câble de mesure ; b) avec le câble de mesure au centre c) avec le câble de mesure au bord du plan de masse



### II.3. Choix des solutions pour la miniaturisation et l'agilité en fréquence

Comme nous l'avons déjà rappelé, les matériaux diélectriques utilisés dans cette thèse ont des permittivités élevées, de faibles pertes diélectriques et des épaisseurs très faibles (couches minces de quelques centaines de nanomètres). Ces considérations imposent un certain nombre de contraintes fortes sur le choix des solutions pour leur utilisation dans des structures d'antennes centimétriques. Deux solutions peuvent être envisagées : la première est l'utilisation d'un substrat multicouche (couche mince déposée sur un substrat), la seconde est celle de l'utilisation de composants discrets (capacité) à base des couches minces.

Pour être en adéquation avec la technologie des couches minces, la géométrie d'antenne étudiée a été fixée aux paramètres indiqués dans le Tableau V-1.

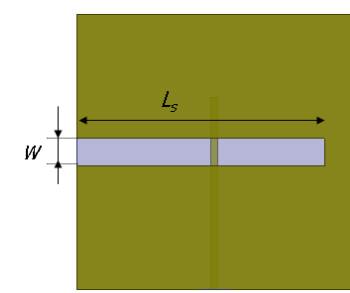
Taille du substrat	20 x 20 mm <sup>2</sup>	
Permittivité du substrat	9,8	
Longueur de la fente $L_s$	18 mm	
Largeur de la fente $W$	2 mm	

Tableau V-1 – Les paramètres du modèle d'antenne pour l'illustration

#### II.3.1. Utilisation de substrat multicouche

La longueur de la fente de l'antenne de type Notch correspond classiquement à  $\lambda_g/4$ , où  $\lambda_g$  est la longueur d'onde guidée dans la structure de l'antenne, calculée par :

$$\lambda_g = \frac{\lambda_0}{\sqrt{\epsilon_{eff}}} \quad (5.1)$$

Où  $\lambda_0$  est la longueur d'onde dans le vide et  $\epsilon_{eff}$ , la permittivité effective de la structure d'antenne.

L'équation (5.1) gouverne le potentiel de miniaturisation de l'antenne (réduction de la longueur d'onde guidée et donc de la longueur de la fente) via l'augmentation de la permittivité effective de la structure.

L'augmentation de la constante diélectrique d'un substrat peut être réalisée par l'utilisation d'un substrat multicouche (couche mince + substrat), comme illustré par la Figure V-13. La principale contrainte liée à l'utilisation de nos matériaux en couche mince dans cet assemblage est la faible épaisseur de la couche comparée à celle du substrat.

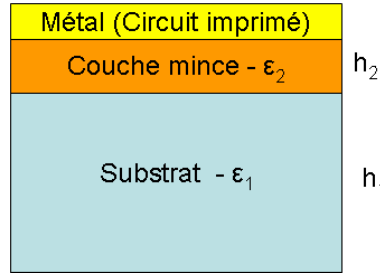


Figure V-13 – Circuit d'antenne sur substrat multicouche

L'estimation de la permittivité du substrat multicouche est réalisée par la formule de dilution donnée par H. Mosallaei et al. [6]. Pour un substrat à deux couches, on obtient :

$$\frac{1}{\varepsilon_e} = \frac{1}{\varepsilon_1} \frac{h_1}{h_1 + h_2} + \frac{1}{\varepsilon_2} \frac{h_2}{h_1 + h_2} \quad (5.2)$$

Avec :

$\varepsilon_1, \varepsilon_2$ , les permittivités relatives de chaque couche ;

$h_1, h_2$  les épaisseurs de chaque couche ;

$\varepsilon_e$ , la permittivité équivalente du multicouche.

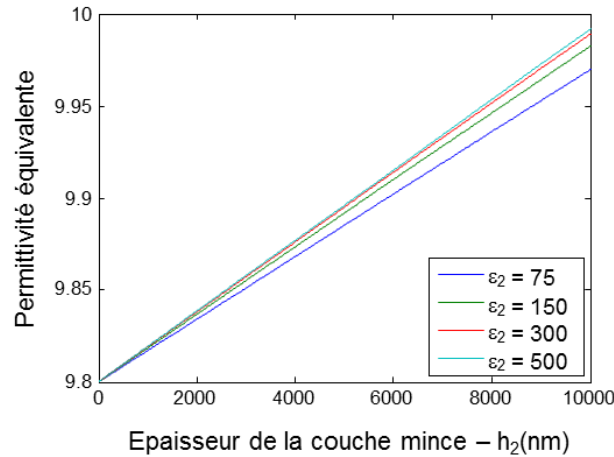


Figure V-14 – Permittivité équivalente du substrat multicouche en fonction de l'épaisseur de la couche mince. Avec  $h_1 = 0,5 \text{ mm}$  et  $\varepsilon_1 = 9,8$  pour plusieurs valeurs de  $\varepsilon_2$

La Figure V-14 montre l'évolution de la permittivité équivalente d'un substrat multicouche en fonction de l'épaisseur de la couche mince et pour différentes valeurs de sa permittivité relative. Nous remarquons que la variation de la permittivité équivalente est d'une part très faible, de l'ordre de  $\sim 2 \%$  (de 9,8 à 10), lorsque l'épaisseur de la couche mince varie de 0 à 10  $\mu\text{m}$ . De même, la variation de la permittivité équivalente d'un multicouche, avec une couche mince de 10  $\mu\text{m}$ , est de l'ordre de 0,2 % lorsque la permittivité de la couche mince est variée de 75 à 500. Cette variation devient quasiment nulle quand l'épaisseur de la couche mince est inférieure à 2  $\mu\text{m}$ .

De même, les variations observées sur les caractéristiques (impédance et fréquence de résonance) d'une antenne sont très faibles comme montré dans la Figure V-15. En effet, cette variation de  $\epsilon_e$  de 2 % (pour une épaisseur de couche de 10  $\mu\text{m}$  et une permittivité  $\epsilon_{cm}$  de 500) induit une variation de fréquence de  $\Delta F_{res}(\%) \sim 0,4 \%$ .

Par conséquent, nous constatons que, pour que cette solution devienne intéressante, l'épaisseur de la couche mince doit être supérieure à la dizaine de  $\mu\text{m}$ . Sachant que l'épaisseur des couches minces est généralement plutôt de l'ordre du micromètre, et que dans le cadre de cette thèse, les fortes épaisseurs de couches minces ne peuvent pas être obtenues technologiquement, cette solution ne peut pas être envisagée.

Par ailleurs, on peut également envisager une réduction de l'épaisseur du substrat, mais nous limiterons nos recherches aux substrats disponibles assurant notamment la fonction de support mécanique souhaité.

Cette solution n'est donc pas retenue pour la conception d'antennes miniatures.

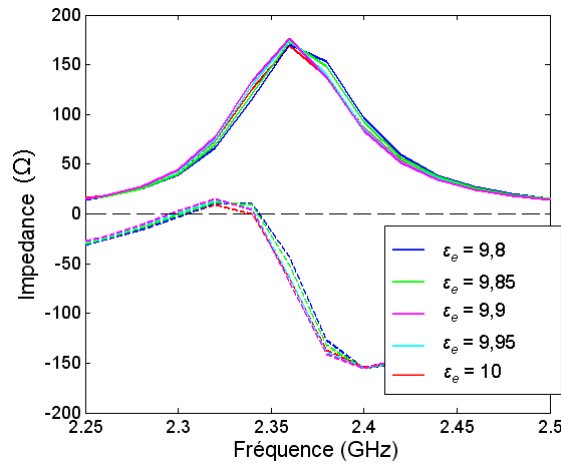


Figure V-15 – Variation de l'impédance de l'antenne en fonction de la variation de permittivité équivalente (partie réelle en trait continu et partie imaginaire en trait pointillé)

### II.3.2. Utilisation de composant discret à base de couches minces

Dans le chapitre précédent (Chapitre IV), nous avons présenté les résultats de la caractérisation diélectrique des couches minces *LaTiO*, réalisée sur des structures de capacité MIM en disques imbriqués (Figure V-16).

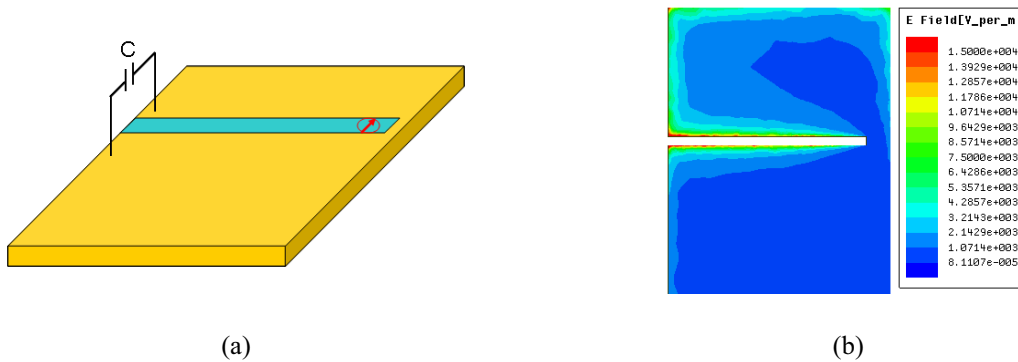


Figure V-16 – Structure de la capacité MIM a) Modèle de simulation b) vue en coupe

Les films minces *LaTiO* ont montré des valeurs de constante diélectrique de l'ordre de 60. Les valeurs des capacités des structures MIM réalisées s'échelonnent entre 0,8 à la dizaine de pF, selon la dimension des électrodes et l'épaisseur de la couche mince. L'utilisation de ces capacités peut s'avérer intéressante pour la miniaturisation d'antenne [5], [7].

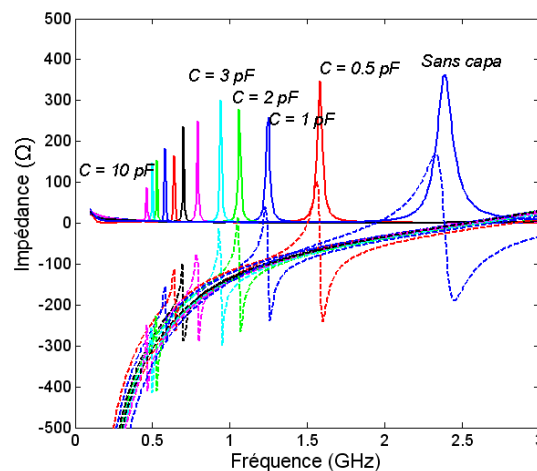
Nous allons étudier dans ce paragraphe l'influence de la charge capacitive que nous allons introduire dans l'antenne, sur le comportement de celle-ci, sans modifier sa géométrie.

Selon l'étude de Lach et al. [5], l'utilisation de la capacité est plus efficace quand celle-ci est localisée à l'extrémité ouverte de la fente (Figure V-17a). Cet emplacement rend le taux de miniaturisation plus élevé. Cela peut-être expliqué par le fait que le champ électrique est plus fort à cette extrémité comme observé dans la Figure V-17b.



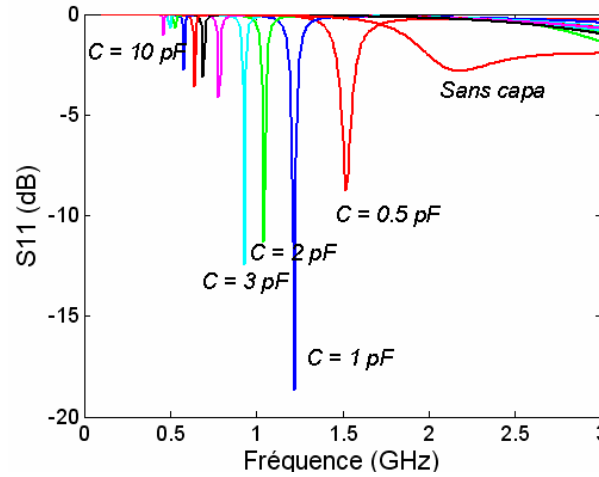
**Figure V-17 – Position d'une charge capacitive(a) et Champ Electrique dans le plan de masse d'une antenne Notch (b)**

Une simulation d'antenne Notch avec différentes valeurs de capacité est réalisée. Les impédances de l'antenne sont extraites de cette simulation et sont présentées sur la Figure V-18. Un déplacement de la résonance vers les basses fréquences est observé. Ce déplacement peut être assimilé à une miniaturisation de l'antenne étant donné la réduction de la longueur électrique équivalente, qui est définie comme le rapport entre la longueur de la fente et la longueur d'onde à la fréquence de résonance.



**Figure V-18 - Impédance de l'antenne Notch pour différentes charges capacitives (partie réelle en trait continu et partie imaginaire en trait pointillé)**

De même, la Figure V-19 montre que la bande passante de l'antenne se réduit lorsque la capacité augmente, et donc le facteur de qualité d'antenne augmente aussi. Ce résultat montre que l'introduction d'une capacité apporterait une miniaturisation de l'antenne et augmenterait son facteur de qualité. Ce comportement est conforme aux lois fondamentales des antennes miniatures.



**Figure V-19 – Coefficient de réflexion de l'antenne pour différentes charges capacitives (partie réelle en trait continu et partie imaginaire en trait pointillé)**

Le Tableau V-2 donne les fréquences de résonance résultantes et la variation relative de celles-ci ( $\Delta F_{res}$  (%)) pour différentes valeurs de la charge capacitive. La variation relative de la fréquence est définie par :

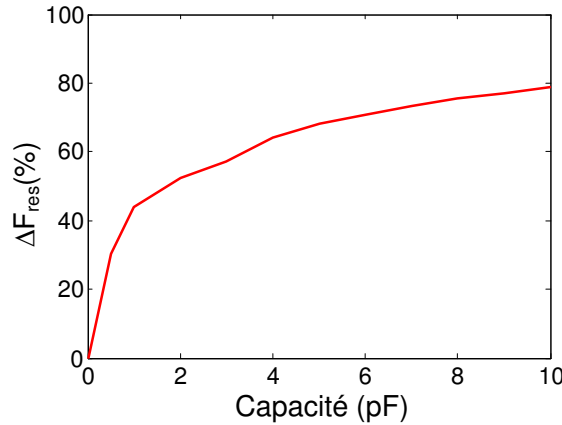
$$\Delta F_{res} (\%) = \left| \frac{F_{charge} - F_0}{F_0} \right| \times 100 (\%) \quad (5.3)$$

Où  $F_0$  est la fréquence de résonance de l'antenne sans la capacité et  $F_{charge}$ , la fréquence de résonance de l'antenne avec la charge capacitive.

Capacité (pF)	$F_{res}$ (GHz)	$\Delta F_{res}$ (%)
0	2,18	0
0,5	1,52	30,27
1	1,22	44,03
2	1,04	52,29
3	0,93	57,34
4	0,78	64,22
5	0,69	68,34
8	0,53	75,68
10	0,46	78,89

**Tableau V-2 - Fréquences de résonance de l'antenne et sa variation relative en fonction de la valeur de la charge capacitive**

On observe une diminution non linéaire de la fréquence de résonance lorsque les valeurs de la capacité augmentent. Avec une charge capacitive de 0,5 pF, le taux de miniaturisation atteint est de 30 %, mais la différence obtenue avec les valeurs de capacité plus élevée devient moins importante. Comme exemple, la variation entre les  $\Delta F_{res}$  (%) obtenues avec des capacités de 4 et 5 pF est seulement de 4 %, elle devient de 3,21 % entre 8 et 10 pF. Cette variation évolue de manière exponentielle inversée, comme illustré dans la Figure V-20.



**Figure V-20 - Variation de la fréquence de résonance de l'antenne en fonction de la valeur de la charge capacitive**

Cette variation relative de la fréquence de résonance peut être considérée comme la variation relative de la longueur de l'antenne Notch qui peut être obtenue si on maintient la fréquence de résonance en réajustant les dimensions de l'antenne. Nous l'appellerons donc par la suite le taux de miniaturisation.

Dans les parties qui suivent, nous allons étudier cette technique de chargement capacitif localisé en utilisant les couches minces *LaTiO* et BST.

### III. ANTENNES NOTCH MINIATURES UTILISANT DES CAPACITES MIM A BASE DE COUCHE MINCE *LaTiO*

Dans ce paragraphe, nous étudions la miniaturisation d'antenne Notch par l'intégration d'une charge capacitive de structure MIM à base de films minces *LaTiO*.

#### III.1. Conception d'antenne et intégration de la capacité

L'antenne, alimentée par couplage électromagnétique via une ligne microruban, est chargée à l'extrémité ouverte de la fente (Figure V-21a) par la structure de capacité MIM développée précédemment (Figure V-16). La fente possède une longueur  $L_s = 44,6$  mm, lui permettant de rayonner (sans la charge capacitive) à  $f_0 = 900$  MHz ( $\sim \lambda_0/7$ ). La largeur de la fente est de  $W = 2$  mm. L'adaptation d'impédance est réalisée en faisant varier la position de la ligne d'alimentation et la longueur de la ligne au-delà de la fente  $L_f$ . Le substrat utilisé est le FR4, avec une constante diélectrique  $\epsilon_r = 4,4$  et une tangente de pertes de 0,02 à 1 GHz. L'épaisseur du substrat FR4 est de 0,8 mm. La ligne microruban a une largeur de 1,51 mm

permettant d'obtenir un guide d'onde de  $50 \Omega$ . Les dimensions du plan de masse sont 50 mm par 110 mm.

Les connexions entre les électrodes de la capacité MIM et le plan de masse ont été réalisées à l'aide de fil de pontage en or de diamètre  $25 \mu m$  (Figure V-21b).

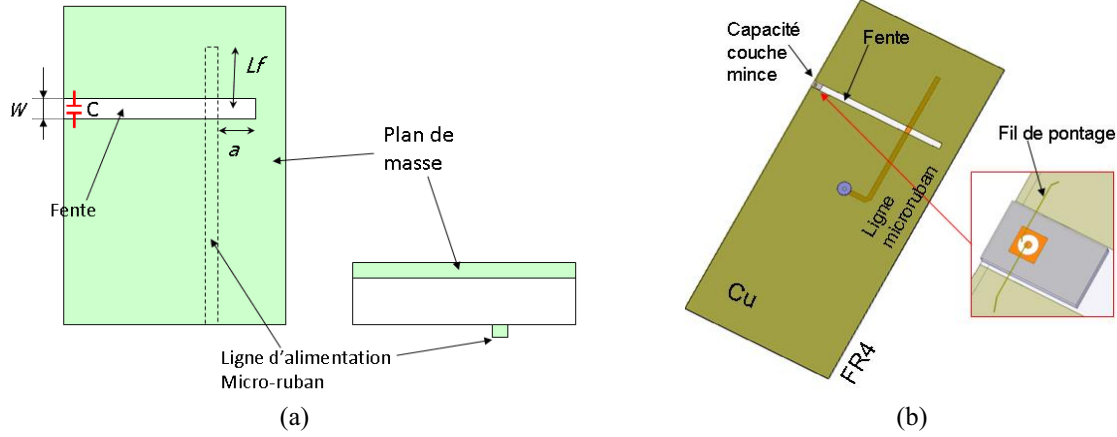


Figure V-21 - Schéma de l'antenne entaille a) et modèle de simulation b) après intégration de la capacité

La valeur capacitive de la structure MIM a été déterminée dans le chapitre 2 (Paragraphe III.2.2.1). Cette valeur dépend du diamètre de l'électrode centrale  $2r$  et de la permittivité de la couche mince que nous appellerons dans ce chapitre  $\epsilon_{cm}$  afin de la différencier de la permittivité des substrats utilisés, qui sera noté  $\epsilon_r$ .

L'effet de la variation du rayon de l'électrode centrale ( $r$ ) sur la fréquence d'adaptation d'impédance de l'antenne, pour une permittivité  $\epsilon_{cm}$  de 60 est montré Figure V-22a. De même, l'influence de la variation de la permittivité  $\epsilon_{cm}$ , sur la fréquence d'adaptation de l'antenne, pour un rayon de l'électrode de  $r = 30 \mu m$ , est présenté Figure V-22b.

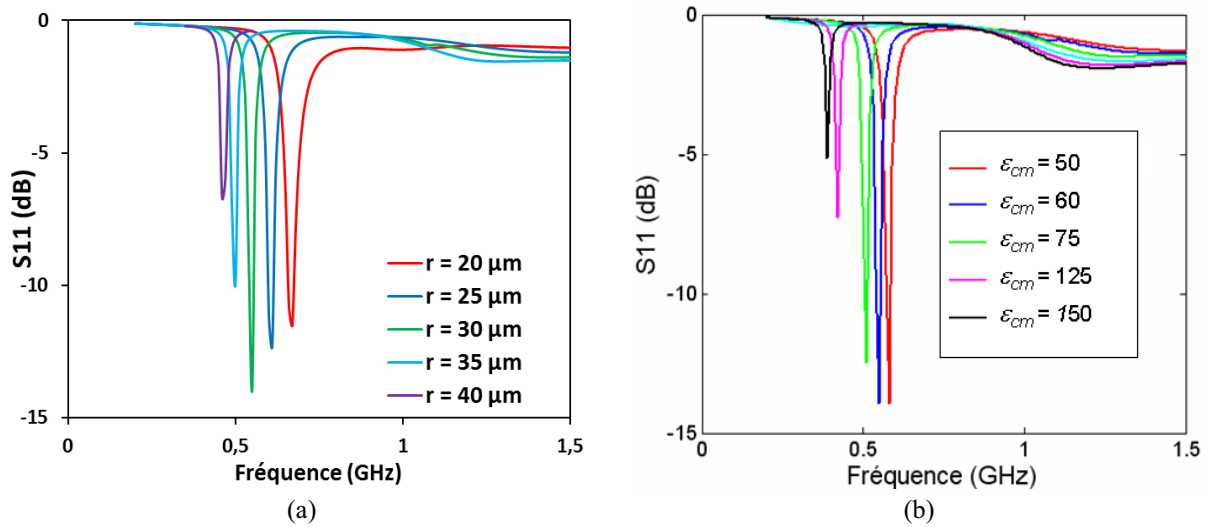


Figure V-22 – Evolution du coefficient de réflexion d'antenne selon le changement a) du rayon de l'électrode centrale ( $\epsilon_{cm} = 60$ ) et b) de la permittivité de la couche mince ( $r = 30 \mu m$ )

Nous constatons que la fréquence de fonctionnement de l'antenne est déplacée vers les basses fréquences quand le rayon de l'électrode centrale ou la permittivité de la couche mince augmente. En d'autres termes, le taux de miniaturisation est augmenté lorsque la capacité est augmentée (résultat conforme à celui obtenu dans le paragraphe précédent). Néanmoins, la miniaturisation de l'antenne introduit ici la réduction de la bande passante et de l'efficacité rayonnée de l'antenne, comme illustré dans la Figure V-23.

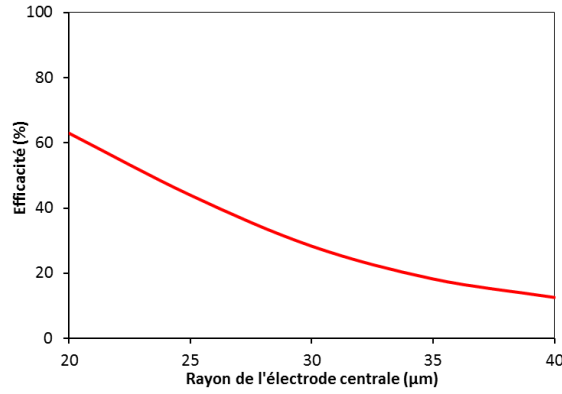


Figure V-23 – Evolution de l'efficacité d'antenne en fonction du rayon de l'électrode centrale ( $r$ )

La Figure V-24 nous montre le diagramme de gain de l'antenne en 3D à 600 MHz pour un rayon central de 30 μm et une permittivité de la couche mince de  $\epsilon_{cm} = 60$ .

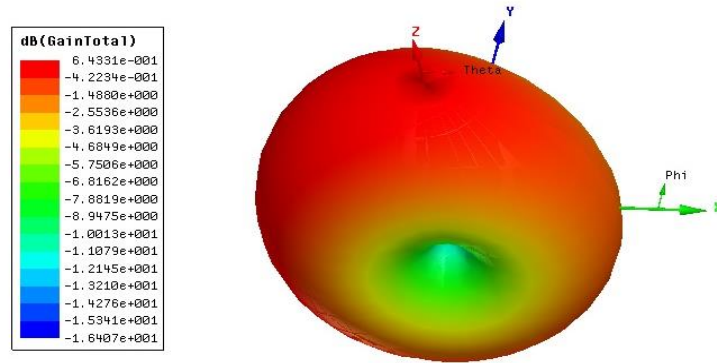


Figure V-24 – Gain total en 3D de l'antenne chargée avec une capacité de  $r = 30 \mu\text{m}$  et  $\epsilon_{cm} = 60$

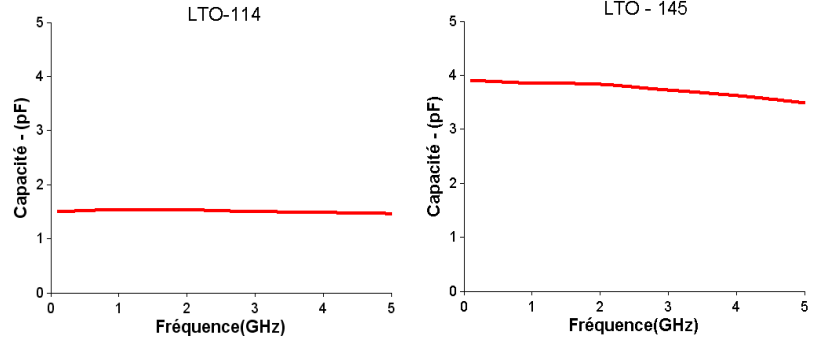
### III.2. Caractérisation de la capacité

La caractérisation diélectrique, en hautes fréquences, des capacités MIM à base de films minces *LaTiO* a été réalisée avec une station VNA HP8510C et une microsonde d'un pas de 150 μm. Cette caractérisation a permis de déterminer les propriétés diélectriques (permittivité et tangente de pertes) des films minces *LaTiO* (Chapitre IV, paragraphe III.2).

Deux échantillons ont été choisis parmi les films caractérisés, pour l'intégration dans les prototypes d'antenne : le LTO-114 déposé sur un substrat de Pt/Si; et le LTO-145 déposé sur un substrat Pt/SrTiO<sub>3</sub>. Les valeurs des capacités obtenues à 1 GHz sont de 1,5 pF et 3,8 pF pour le LTO-114 et le LTO-145 respectivement (Figure V-25). Les paramètres des structures MIM à base de films *LaTiO* sont présentés dans Figure V-25a.



	LTO-114	LTO-145
$E_p$ (nm)	1200	470
$r$ ( $\mu m$ )	33	32
$\epsilon_{cm}$	64	61
$\tan\delta$	0,004	0,003
$C$ (pF)	1,5	3,8



(a)

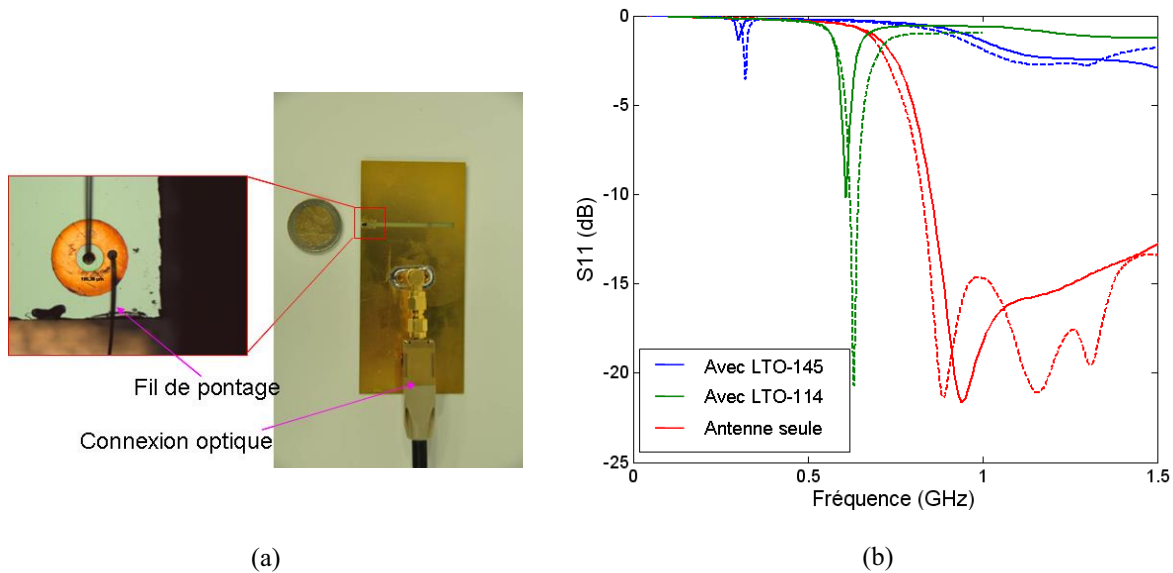
(b)

Figure V-25- Capacités des structures MIM, LTO-114 et LTO-145

### III.3. Caractérisation de l'antenne

#### III.3.1. Prototypes et mesure d'impédance

Les prototypes ont été réalisés avec les capacités à base des deux couches minces ; la Figure V-26a montre le prototype d'antenne réalisé avec la capacité LTO-145. La connexion entre les électrodes et le plan de masse a été réalisée à l'aide de fil de pontage de 25  $\mu m$  de diamètre. L'alimentation, quant à elle, a été réalisée grâce à un lien optique pour les mesures de rayonnement. La Figure V-26b présente le coefficient de réflexion  $S_{11}$  du prototype réalisé mesuré avec un câble coaxial perpendiculaire au plan de masse.



(a)

(b)

Figure V-26 – a) Prototype d'antenne entaille et b) Mesure et simulation du coefficient de réflexion  $S_{11}$  (simulation en trait continu et mesure en trait pointillé)

En observant la mesure du paramètre  $S_{11}$ , nous constatons que la bande de fonctionnement de l'antenne se déplace vers les basses fréquences après l'intégration des capacités MIM. Elle est déplacée de 885 MHz (sans capacité) à 633 MHz avec le LTO-114 (1,5 pF) et de 885 MHz à 317 MHz avec le LTO-145 (3,8 pF), ce qui correspondrait à des taux de miniaturisation de 28 % et 64 %, respectivement (le Tableau V-3). Par contre, l'adaptation et

la bande passante de l'antenne sont dégradées (Figure V-26b). Les résultats de la mesure expérimentale de l'antenne sont conformes à ceux obtenus par simulation de la structure, incluant la capacité MIM et les pontages, sous HFSS (Figure V-26b).

Prototype	Capacité (pF)	Fréquence d'adaptation $F_a$ (MHz)	Taux de miniaturisation
Sans capacité	0	885	0
LTO-114	1,5	633	28,5 %
LTO-145	3,8	317	64,1 %

**Tableau V-3 – Résumé des performances des prototypes réalisés**

### III.3.2. Facteur de Qualité

Le facteur de qualité  $Q$  est un paramètre important des antennes miniatures, car il est directement lié à la bande passante. Pour calculer  $Q$ , ici nous utiliserons la formule donnée par Yaghjian [8] valable au voisinage de la résonance :

$$Q(\omega_0) = \frac{\omega_0}{2R_0(\omega_0)} |Z'_0(\omega_0)| \quad (5.4)$$

Où  $R_0$  est la partie réelle de l'impédance complexe,  $Z'_0$ , la dérivée de l'impédance complexe et  $\omega_0$ , la pulsation.

Les valeurs du facteur de qualité, calculées à la fréquence d'adaptation  $F_a$  pour les différentes configurations présentées dans le paragraphe précédent, sont regroupées dans le Tableau V-4. Nous pouvons vérifier que lorsque la valeur de la capacité augmente (et donc la fréquence de fonctionnement diminue), le facteur de qualité  $Q$  augmente et par conséquent la bande passante diminue. Ceci est valable pour les résultats expérimentaux et ceux de la simulation.

Prototype	Capacité (pF)	$F_a$ (MHz)		Q	
		Mesure	Simulation	Mesure	Simulation
Sans capacité	0	885	940	12	11
LTO-114	1,5	633	620	65	91
LTO-145	3,8	317	300	93	119

**Tableau V-4 – Facteur de qualité des prototypes d'antennes utilisant les capacités MIM à base de films minces *LaTiO***

En observant la Figure V-27, nous pouvons constater que, selon le volume équivalent considéré (selon la taille électrique de l'antenne), qui prend en compte les dimensions du plan

de masse, les résultats de simulation et de mesure se rapprochent des limites fondamentales de Chu pour une efficacité rayonnée de 30 % à 630 MHz et 10 % à 317 MHz. L'écart entre les résultats de simulation et ceux de la mesure nous laisse anticiper une efficacité plus faible de l'antenne lors de la mesure expérimentale.

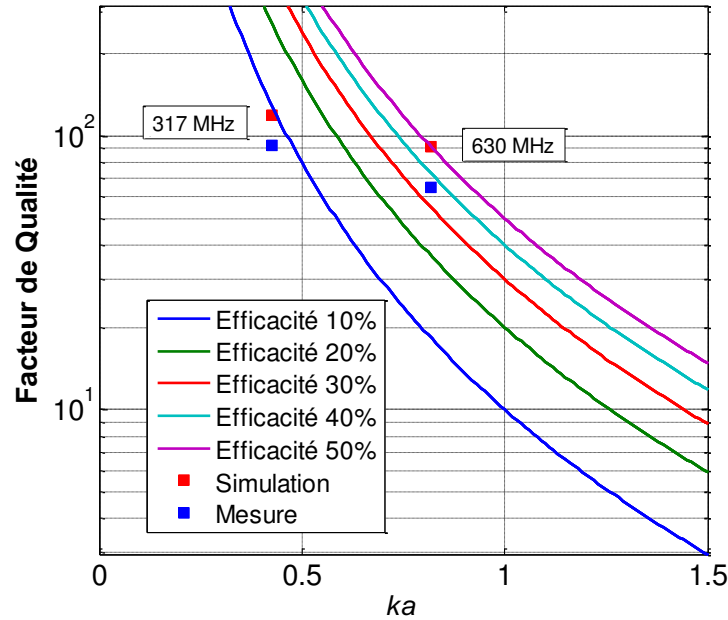


Figure V-27 - Évolution du facteur de qualité  $Q$  simulé et mesuré en fonction de la taille électrique de l'antenne  $ka$ , et comparaison avec les limites de Chu

### III.3.3. Mesure de rayonnement

Nous traçons les diagrammes de gain obtenus expérimentalement dans la chambre anéchoïque du CEA LETI à Grenoble. La Figure V-28 montre les plans de coupe considérés lors de la mesure d'antenne. Dans la suite de ce paragraphe, les résultats de simulation, qui seront confrontés à ceux de la mesure, prendront en compte les effets du câble utilisé lors de la mesure.

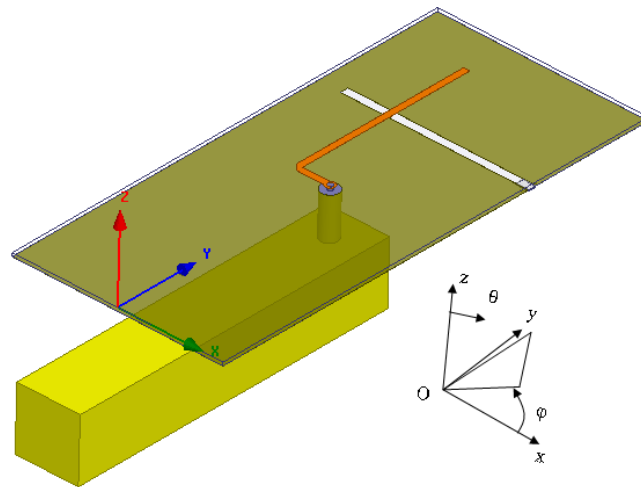


Figure V-28 – Antenne et plans de coupe pour la mesure de rayonnement de l'antenne

Le Tableau V-5 montre les diagrammes de gain obtenus lors de la caractérisation de l'antenne avec la capacité LTO-114, à la fréquence  $F = 630$  MHz et dans les plans  $xOz$ ,  $yOz$  et  $xOy$ . Ces diagrammes ont été mesurés en chambre anéchoïde à l'aide d'un pont optique compact (Figure V-26a) afin de limiter les perturbations en zone de champ réactif. Le gain maximal d'antenne obtenu est de  $-1,8$  dBi. Ce gain modéré est à associer à la miniaturisation de l'antenne. La forme du diagramme est celui d'un dipôle. Les propriétés omnidirectionnelles sont conservées. La comparaison des diagrammes simulés et mesurés est satisfaisante à la fois au niveau de la polarisation principale et de la polarisation croisée, sauf dans le plan  $xOy$  correspondant au plan de masse. Ceci est sûrement dû à l'effet de la partie métallique du transducteur optique utilisé lors de la mesure.

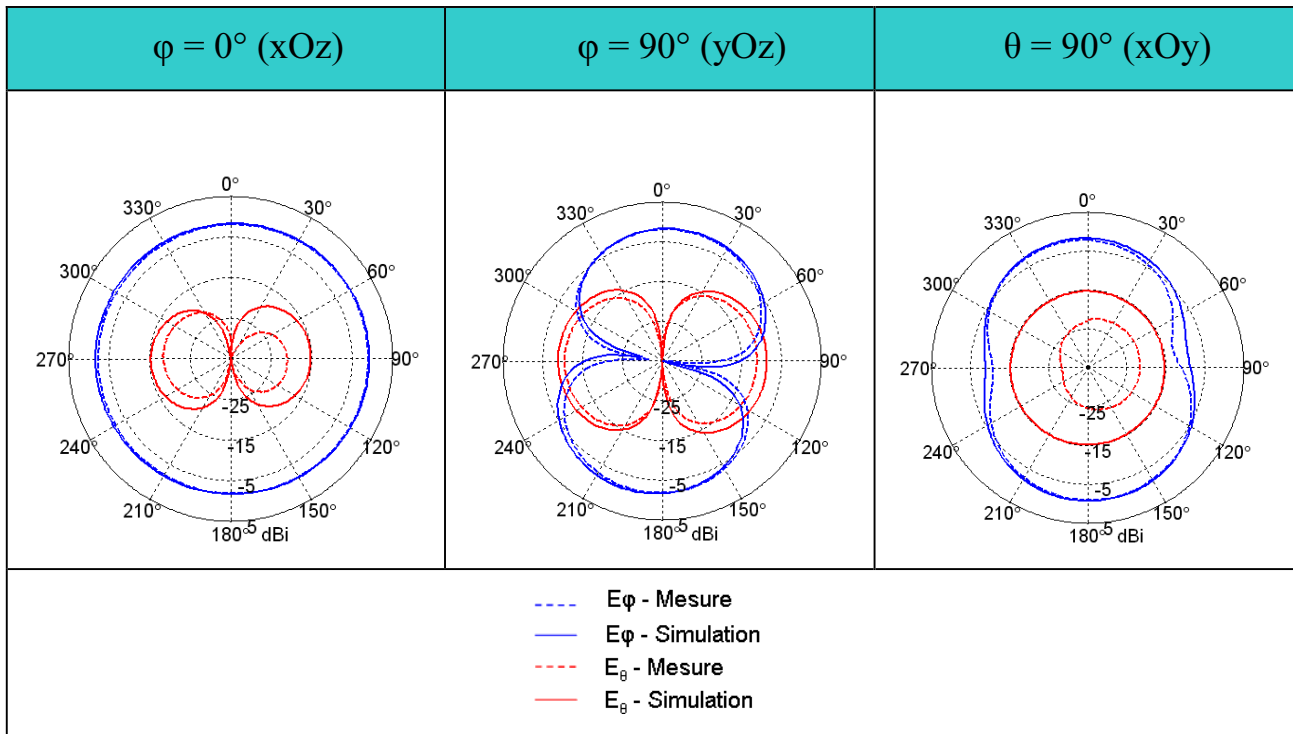


Tableau V-5 - Diagrammes de gain simulés (en trait continu) et mesurés (en trait pointillé) à 630 MHz.

### III.3.4. Comparaison avec l'antenne utilisant une capacité CMS commerciale

Dans ce paragraphe, la performance de l'antenne avec une capacité à base de film mince *LaTiO* est comparée avec celle utilisant une capacité CMS commerciale.

La capacité CMS utilisée est un condensateur à facteur de qualité  $Q$  élevé, fabriqué par Johanson Technology, et a une valeur de capacité de  $1,8$  pF [9]. Cette capacité est modélisée par un circuit RLC en série comme illustré dans la Figure V-29.

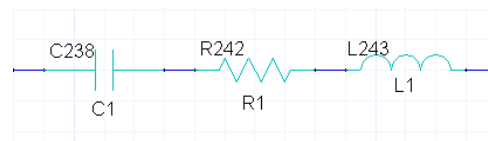
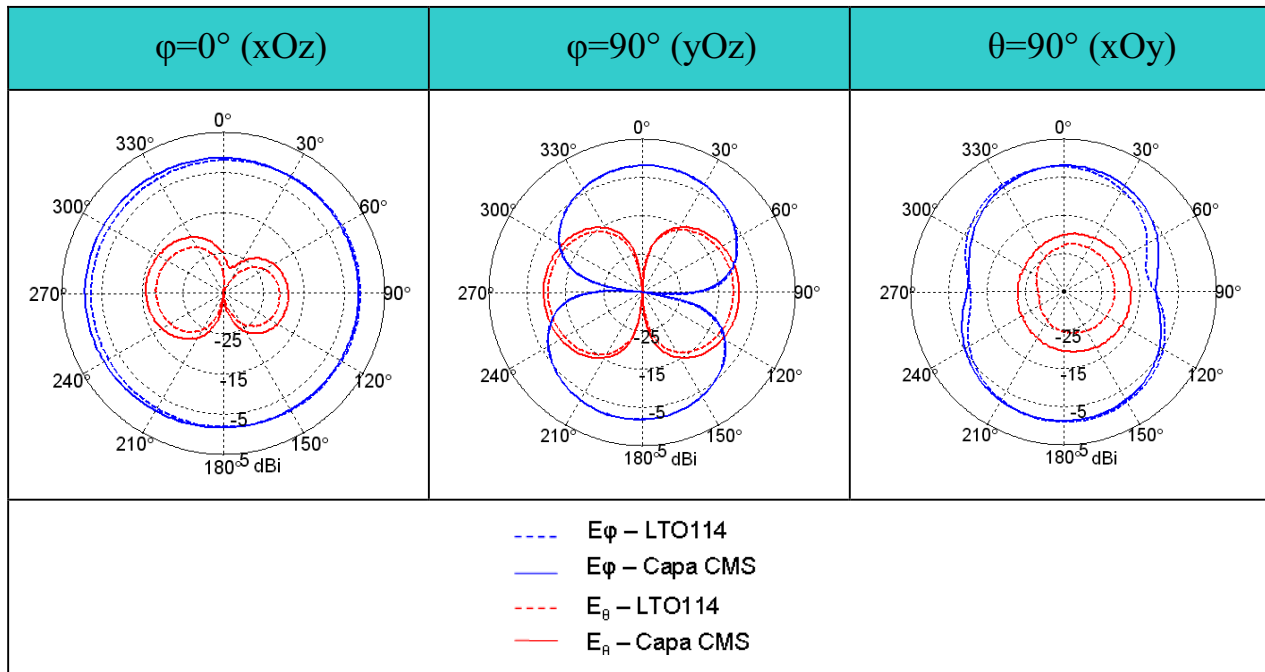


Figure V-29 – Modèle équivalent du condensateur CMS commerciale

Une caractérisation de cette capacité a été réalisée et détaillée dans l'Annexe 2. Les valeurs obtenues sont :  $C_1 = 1,72 \text{ pF}$ ,  $R_1 = 0,8 \Omega$  et  $L_1 = 0,51 \text{ nH}$ .

Le Tableau V-6 compare le gain des deux structures : celle utilisant une capacité à base du film mince *LaTiO* et celle avec une capacité CMS.



**Tableau V-6 - Diagrammes de rayonnement de l'antenne avec la capacité LTO-114 (à 630 MHz) et avec la capacité CMS (à 590 MHz)**

Les diagrammes de rayonnement des deux antennes restent très similaires malgré la différence de fréquence d'adaptation. Cela s'explique par les dimensions électriquement petites de l'antenne.

La Figure V-30 présente l'efficacité totale de l'antenne avec la capacité LTO-114 en comparaison avec celle de la capacité CMS commerciale de 1,8 pF. L'efficacité mesurée est obtenue par intégration du diagramme de gain en 3 dimensions. Notons sur cette figure que l'antenne avec la capacité LTO-114 est adaptée à 630 MHz, et celle avec la capacité CMS est adaptée à 590 MHz. L'antenne utilisant la capacité CMS montre une efficacité sensiblement plus élevée, 37 % à 590 MHz par rapport à 30 % pour l'antenne avec la capacité LTO-114 à 630 MHz. Cette dernière devait donner par simulation une efficacité de 50 %, supérieure à celle de l'antenne intégrant la capacité CMS. La bonne adéquation mesure/simulation obtenue avec la capacité CMS n'est pas retrouvée avec la capacité LTO-114. On peut attribuer cette différence de résultats aux approximations de modélisation dans la simulation, à la fois sur les propriétés du matériau utilisé pour réaliser la capacité, mais également sur son report dans la structure antennaire (effet de la connexion par pontage : longueur, qualité du contact).

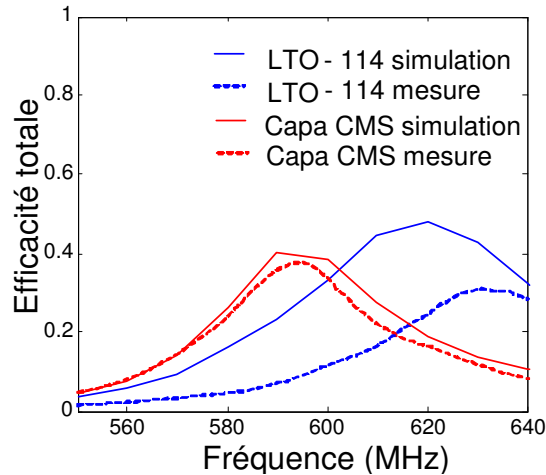


Figure V-30 – Efficacité totale des antennes avec la capacité LTO-114 et avec la capacité CMS

Cependant, les différents résultats d'efficacité sont conformes aux efficacités que l'on peut lire en positionnant les facteurs de qualité des antennes en fonction de la taille électrique (Figure V-27). Les performances de ce type d'antenne se positionnent donc à proximité des limites fondamentales données par *Chu*. La comparaison des performances de l'antenne réalisée avec le matériau *LaTiO* et la capacité CMS haute performance confirme que le matériau mis au point présente de faibles pertes aux fréquences de travail. Des développements technologiques complémentaires pour une intégration optimisée de la capacité sur la structure d'antenne (réalisation monolithique) peuvent permettre d'envisager des performances meilleures.

### III.4. Conclusion

L'intégration de capacités MIM réalisées avec des films minces *LaTiO* a été étudiée, réalisée et caractérisée. Les simulations électromagnétiques et les mesures sont en adéquation, en termes de coefficient de réflexion, de gain réalisé et d'efficacité de rayonnement. Elles montrent des taux de réduction de dimensions importantes de 28,5 % et 64,1 % pour les valeurs de capacité de 1,5 et 3,8 pF. Une comparaison avec une antenne utilisant une capacité CMS haute performance a également été présentée, elle donne des résultats similaires. Les résultats de mesure des propriétés de rayonnement ainsi qu'une analyse détaillée du rendement sont aussi présentés. Les mesures obtenues à 630 MHz montrent que l'antenne rayonne avec un gain maximal de -1,8 dBi et une efficacité totale de 30 % pour une dimension électrique de  $\lambda_0/9,4 \times \lambda_0/4,3 \times \lambda_0/587$ . Ces résultats sont proches des limites fondamentales de la littérature et constituent donc une illustration de la dégradation des performances d'une antenne lorsqu'elle est miniaturisée.

La suite de notre étude va se focaliser sur la conception d'antenne avec l'intégration monolithique d'une capacité en structure MIM basée sur le film mince ferroélectrique BST. L'objectif est de combiner la miniaturisation d'antenne avec la propriété d'agilité en fréquence.

## IV. ANTENNE NOTCH MINIATURE ET RECONFIGURABLE UTILISANT UN VARACTOR A BASE DE COUCHE MINCE BST

Comme nous l'avons vu précédemment, l'intégration d'une structure capacitive dans une antenne Notch permet de modifier la fréquence de résonance de celle-ci, et donc de miniaturiser l'antenne. Nous savons également que la fréquence de résonance de l'antenne chargée dépend de la valeur de la charge capacitive utilisée. En introduisant dans l'antenne une charge capacitive variable, nous permettons à l'antenne de travailler à des fréquences variables. La variation de la valeur de la capacité, sera apportée par la variation de la permittivité du matériau diélectrique la constituant, grâce à l'application d'un champ électrique continu.

Dans cette partie du chapitre, nous allons donc traiter l'effet d'une capacité variable (varactor), réalisé à base de couche mince BST, sur l'agilité en fréquence d'une antenne Notch miniaturisée.

### IV.1.1. Modèle de simulation

La Figure V-31 et la Figure V-32 montrent une vue schématique de la conception de l'antenne qui est composée de quatre couches. Un substrat d'alumine est utilisé ici comme support pour le dépôt de la couche mince BST et pour la métallisation de l'antenne. Ses dimensions de  $20 \times 20 \text{ mm}^2$  sont imposées par le mode de réalisation technologique de la couche mince BST (dépôt en solution chimique, Annexe 3). La vue de dessus de la géométrie de l'antenne est présentée sur la Figure V-31b. Elle montre la position de la capacité variable à base du film mince et des deux condensateurs de blocage de tension DC.

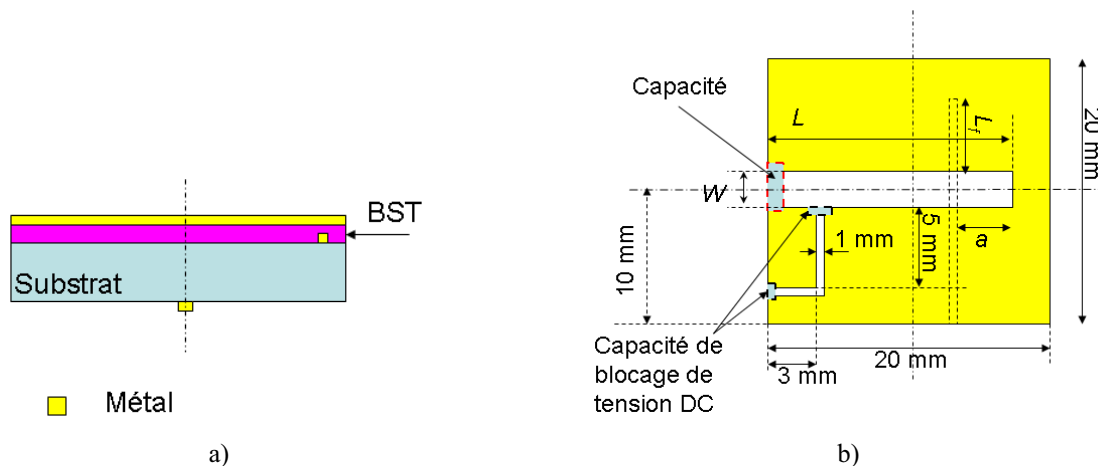


Figure V-31 - Schéma de l'antenne chargée avec la capacité BST a) vu en coupe et b) vu de dessus

Les détails de la capacité en couche mince BST sont présentés sur la Figure V-32. Deux électrodes métalliques orthogonales, chacune de  $40 \mu\text{m}$  de largeur, séparées par une couche BST de  $1 \mu\text{m}$  d'épaisseur, forment une zone de chevauchement de  $1600 \mu\text{m}^2$ , constituant ainsi le condensateur MIM à film mince accordable.

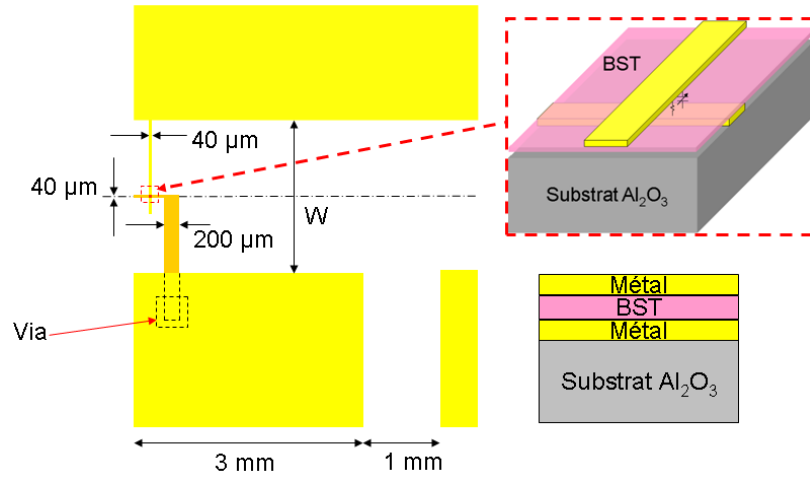


Figure V-32- Détail du varactor à base de la couche mince BST

Pour varier la permittivité diélectrique du film BST, une tension de polarisation continue sera appliquée entre la pastille de contact qui est reliée par un via à l'électrode inférieure du condensateur, et le plan de masse de l'antenne (contenant la ligne d'électrode supérieure). Ce dernier est séparé de la pastille de contact par deux condensateurs de découplage DC (Figure V-31b).

Cette antenne a été simulée sous le logiciel Ansys HFSS v13 [10] avec les dimensions optimisées suivantes :  $W = 2$  mm,  $L_s = 18$  mm,  $L_f = 7$  mm et  $a = 1$  mm. La capacité des deux condensateurs de blocage DC est de 100 pF. Une permittivité diélectrique  $\epsilon_{cm} = 95$  et des pertes diélectriques  $\tan\delta \sim 2.10^{-2}$  ont été utilisées pour la simulation de la couche mince BST. Enfin, une variation de la constante diélectrique de 95 à 65 a été supposée sous l'effet du champ électrique continu de polarisation. Les propriétés de la couche mince BST utilisées pour la simulation ont été obtenues lors de la caractérisation diélectrique des films minces BST (résultat montré en Paragraphe IV-2).

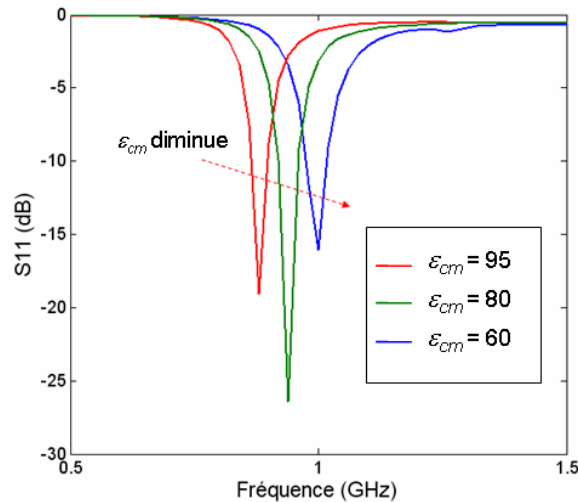


Figure V-33 – Variation du coefficient de réflexion selon la permittivité de la couche mince BST

Les coefficients de réflexion  $S_{11}$  présentés Figure V-33 montrent une modification de la fréquence d'adaptation de 0,94 GHz à 1,07 GHz, soit une agilité  $TR(\%)$  de l'antenne de 13 %.



Il faut noter que, la fréquence de résonance de l'antenne, mais sans la couche de BST est de 2,2 GHz. Une réduction de l'ordre de 56 % est donc atteinte sur la taille de l'antenne.

La Figure V-34 montre l'efficacité rayonnée de l'antenne Notch avec la couche mince BST. Comme observé précédemment, le taux de miniaturisation très élevée obtenu ici ( $\lambda_0/16,65$ ) induit une dégradation importante de l'efficacité du rayonnement de l'antenne. Une solution pour pallier à ce problème sera proposée dans le paragraphe suivant.

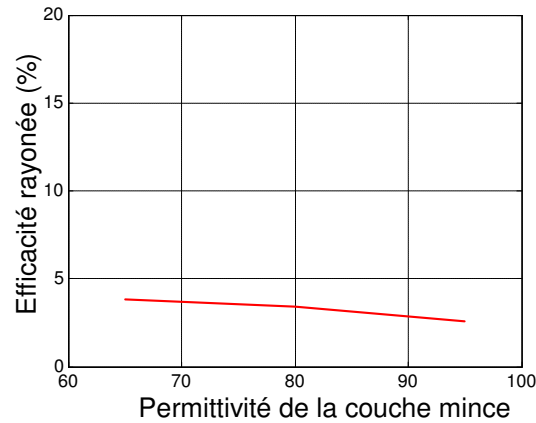
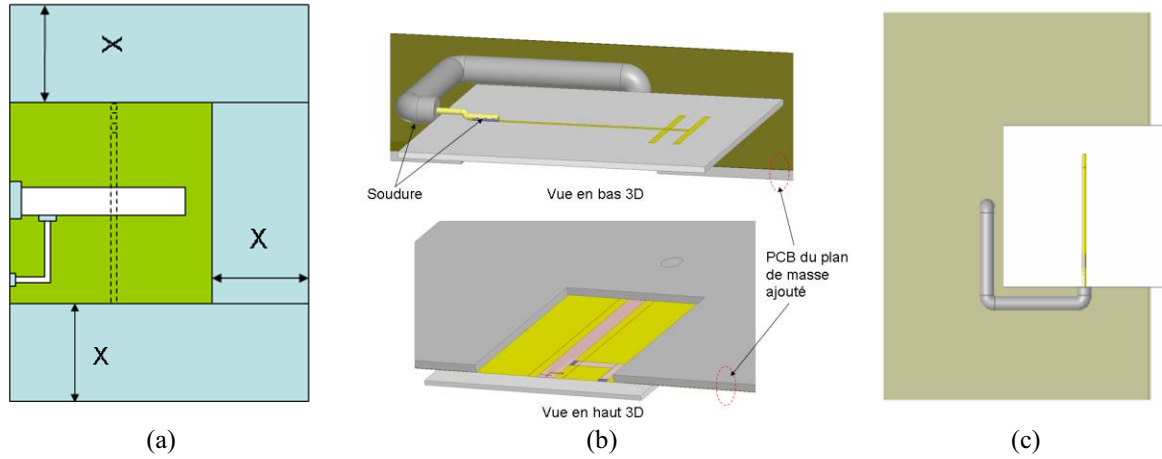


Figure V-34 – Efficacité rayonnée de l'antenne en fonction de la permittivité de la couche mince BST

#### IV.1.2. Intégration du plan de masse

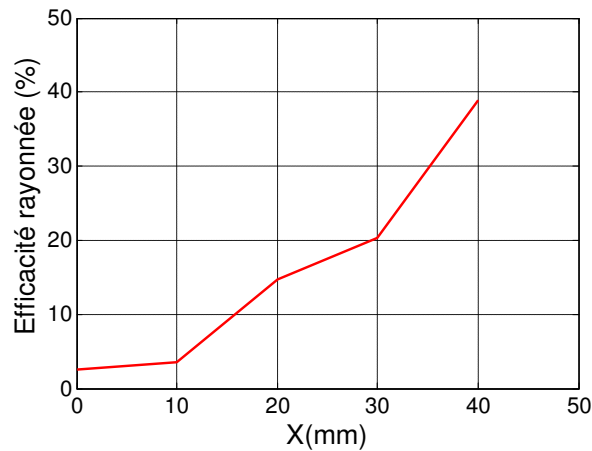
La structure de l'antenne réalisée dans le paragraphe précédent montre deux problèmes à résoudre afin d'aboutir à un dispositif mesurable sans trop introduire de perturbations lors de la caractérisation expérimentale. Le premier est que la taille totale de l'antenne (incluant le plan de masse) est réduite par rapport à la longueur d'onde de fonctionnement ( $\lambda_0/15$ ). Cela conduit à une faible efficacité de rayonnement de l'antenne. L'autre problème concerne la connexion entre la ligne d'excitation microruban et le câble de mesure situé au bord du plan de masse. Comme nous l'avons vu précédemment, ce positionnement du câble est à éviter (voir paragraphe II.3.5). Malheureusement, la taille du support d'antenne 'imposé par le procédé de réalisation de la couche mince ne permet pas d'envisager un positionnement du câble coaxial de mesure au centre du circuit d'antenne.

Afin de résoudre les problèmes cités ci-dessus, nous avons proposé d'élargir le plan de masse du circuit d'antenne. Cet élargissement du plan de masse peut être réalisé en ajoutant un substrat diélectrique classique métallisé, autour du circuit actuel, avec la dimension d'extension  $X$  (mm), comme montré sur la Figure V-35a. Le câble coaxial d'alimentation est positionné sur l'extension du plan de masse. Il est conformé sur cette extension de plan de masse afin de sortir vers le centre du circuit comme présenté sur la Figure V-35c.



**Figure V-35 – Ensemble de l’antenne avec le plan de masse ajouté a) et avec câble d’alimentation en vue 3D b) et vue de dessus c)**

La Figure V-36 présente l’évolution de l’efficacité rayonnée de l’antenne en fonction de l’élargissement du plan de masse. Cette simulation confirme l’augmentation de l’efficacité lorsque le plan de masse est augmenté. Cette efficacité est de l’ordre de 3 % sans élargissement de plan de masse et passe à une valeur de l’ordre de 40 % lorsque celui-ci est élargi de  $X = 40$  mm.



**Figure V-36 – Evolution de l’efficacité rayonnée de l’antenne en fonction de la largeur du plan de masse ajouté**

La Figure V-37 présente les diagrammes de gain de l’antenne lorsque le plan de masse est ajouté. Une extension de  $X = 20$  mm a été choisie pour cette représentation. Cette figure montre que le gain maximal d’antenne est augmenté de -21 dBi à -7 dBi, ce qui se traduit par une amélioration de l’efficacité rayonnée de 3 % à 15 %.

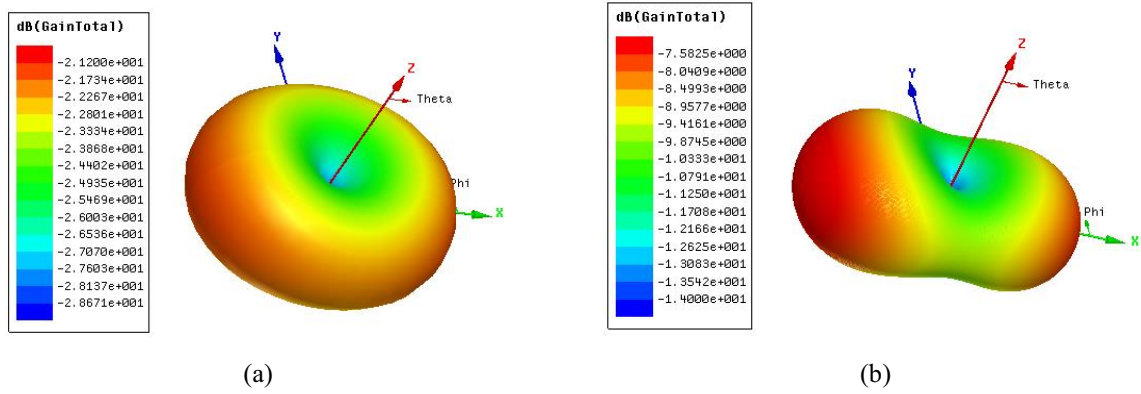


Figure V-37 – Comparaison des diagrammes de gain en 3D a) sans et b) avec le plan de masse ajouté

Par contre, les résultats de simulation de cette structure montrent que lorsque le plan de masse est élargi, l'amplitude du coefficient de réflexion  $S_{11}$  et l'adaptation d'impédance résultante sont affectée, elles sont dégradées dans notre cas (Figure V-38).

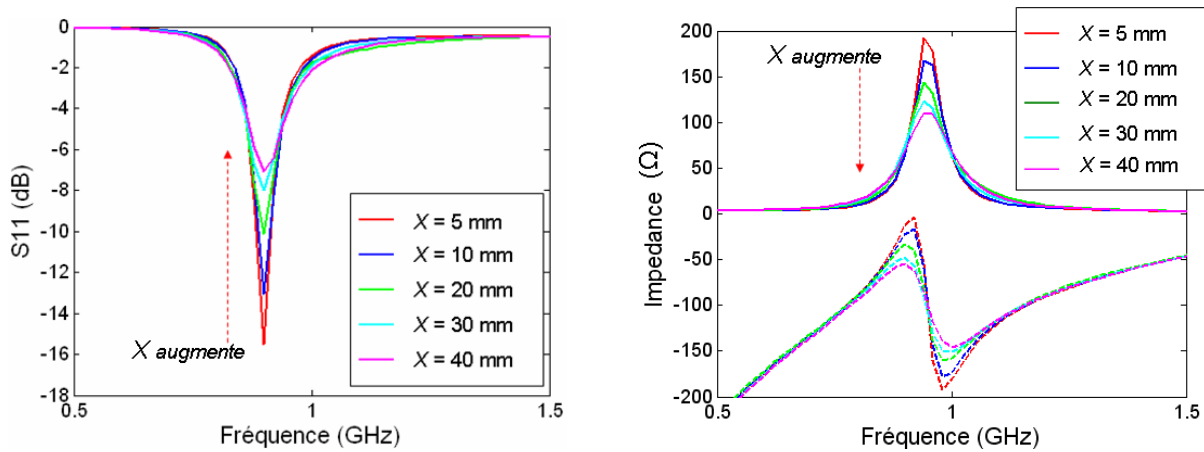


Figure V-38 – Evolution du a) coefficient de réflexion et b) de l'impédance d'antenne en fonction de la dimension du plan de masse ajouté ( $x$ )

Ce problème de désadaptation d'impédance peut être résolu par l'augmentation de la longueur du stub de la ligne microruban ( $L_f$ ) comme illustré dans la Figure V-39. Un élargissement du plan de masse de  $X = 20$  mm a été utilisé pour cette simulation. La longueur de la ligne microruban a été variée entre  $L_f =$  à 7 et 9 mm. Nous pouvons constater sur ce résultat, et comme trouvé auparavant, qu'uniquement la partie imaginaire de l'impédance de l'antenne est affectée, ce qui nous permet de retrouver une meilleure adaptation de l'antenne et un meilleur coefficient de réflexion  $S_{11}$ .

D'après les résultats de cette partie du chapitre nous pouvons donc dire qu'un compromis entre l'adaptation et l'efficacité de l'antenne doit être fait lors de la réalisation d'antenne agile miniature.

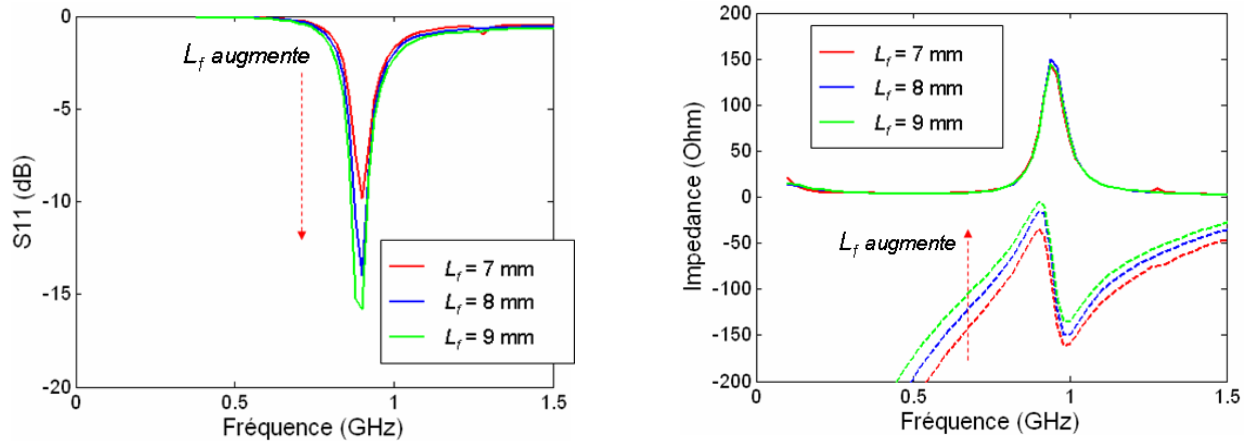


Figure V-39 – Amélioration de l'adaptation d'antenne par augmentation de la longueur du stub ouvert ( $X = 20$  mm)

## IV.2. Réalisation de la couche mince BST et de la capacité localisée

La réalisation monolithique des circuits antennaires utilisant des couches minces BST a été effectuée par l'équipe Matériaux Fonctionnels de l'IETR localisée à Nantes.

Les structures de capacités variables en géométrie MIM en couche mince ferroélectrique BST ont été réalisées sur des substrats d'alumine par les dépôts successifs de l'électrode inférieure, de la couche de BST et de l'électrode supérieure.

Tout d'abord, une électrode inférieure en platine d'environ 200 nm d'épaisseur a été réalisée par pulvérisation cathodique magnétron à travers un masque sur un substrat d'alumine. Par la suite, la technique de dépôt par solution chimique a été utilisée pour la réalisation des couches minces  $Ba_{(1-x)}Sr_xTiO_3$  sur ce substrat [11]. Les solutions précurseurs (Annexe 3) sont composées d'acétates de baryum et de strontium, auxquelles le n-propoxyde de titane et un stabilisateur organique sont mélangés en proportions appropriées. Le dépôt du mélange sur un substrat d'alumine est réalisé par spin-coating (dépôt par force centrifuge). L'échantillon va subir par la suite un traitement thermique à 750°C qui permettra l'évaporation de la matière organique et aussi la cristallisation du film BST dans la structure pérovskite ferroélectrique. Sachant que cette procédure ne permet de déposer que quelques dizaines de nanomètre de BST à la fois, plusieurs étapes « dépôt par spin-coating + recuit » ont été utilisées afin d'obtenir une épaisseur finale d'environ 1  $\mu$ m. Des films minces BST avec une surface et une taille de grains homogène sont obtenues. La cristallisation a été vérifiée par analyse aux rayons X et ne montre aucune phase parasite. La composition finale du film BST utilisé est  $Ba_{0,80}Sr_{0,20}TiO_3$ .

Avant le dépôt de l'électrode supérieure, un via pour la connexion à l'électrode inférieure a été réalisé par gravure humide chimique de la couche BST [12]. Le dépôt de l'électrode supérieure (cuivre), effectué également par pulvérisation cathodique à travers un masque, établit le contact et donc complète la géométrie du varactor MIM.

Les propriétés diélectriques d'une couche mince BST sont présentées sur la Figure V-40. Une permittivité légèrement décroissante et une tangente de pertes d'environ  $1.10^{-2}$  sont

obtenues dans la gamme de fréquences de 100 MHz à 5 GHz. Il faut noter ici que ces valeurs de pertes expérimentales prennent également en compte les pertes des électrodes de connexion. Les pertes diélectriques intrinsèques au matériau devraient être donc encore plus faibles.

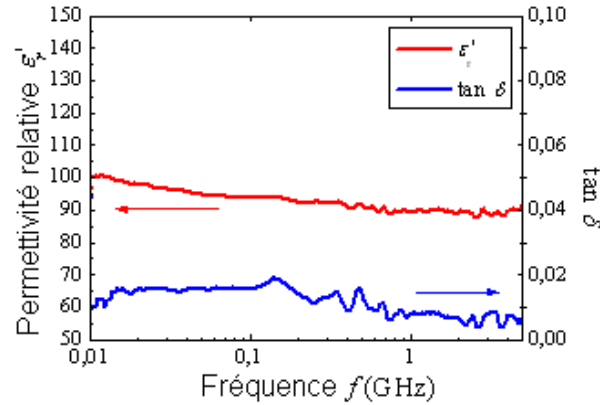


Figure V-40 - Permittivité et tangente de pertes d'un film mince BST en fonction de la fréquence

La mesure d'accordabilité du film mince BST a été réalisée à une fréquence de 1 MHz (Figure V-41). Une variation de la permittivité de 98 à 63, sous tension continue de 40 V (un champ électrique DC de 400 kV/cm), a été observée. Elle correspond à une accordabilité de la permittivité du film de 35 %. Son évolution a été extrapolée à partir du comportement observé expérimentalement pour l'ensemble des permittivités et a permis d'estimer une variation de la permittivité d'environ 30 % à 1 GHz [13].

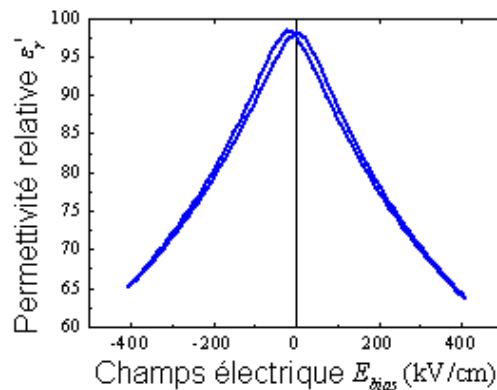


Figure V-41 – Evolution de la permittivité de la couche BST en fonction du champ électrique continu

### IV.3. Caractérisation expérimentale du prototype d'antenne réalisée

Dans la suite de ce chapitre, et pour la réalisation de prototype d'antenne avec la capacité MIM intégrée, de nouveaux films minces BST ont été déposés avec la même procédure et les mêmes conditions de dépôt cité plus haut. Ces films comme nous le verrons par la suite, présentent des propriétés diélectriques sensiblement différentes.

### IV.3.1. Caractérisation de la capacité localisée à base de film mince BST

La caractérisation de la capacité MIM intégré dans l'antenne a été faite à l'Université de Nantes par l'équipe MF de l'IETR. La mesure dimensionnelle de la surface du condensateur réalisé et de la zone de chevauchement entre les électrodes donne les valeurs de  $41\mu\text{m} \times 37\mu\text{m}$ , ce qui forme une surface de condensateur de  $\sim 1517 \mu\text{m}^2$ . Avec une épaisseur de la couche mince BST de  $\sim 980 \text{ nm}$ , la valeur estimée de la capacitance est de  $\sim 4 \text{ pF}$ , ce qui est vérifié par la mesure "basse fréquence" présentée sur la Figure V-42.

La Figure V-42 présente également l'évolution de la capacité en fonction de la tension continue appliquée. Nous constatons que la valeur de la capacité est réduite de  $4 \text{ pF}$  à  $2 \text{ pF}$ , soit une agilité de cette capacité de  $\sim 50 \%$ , quand la tension DC augmente de  $0 \text{ V}$  à  $40 \text{ V}$  (champ électrique de  $0$  à  $400 \text{ kV/cm}$ ). Nous observons aussi une légère évolution de cette agilité avec la fréquence. La valeur de cette dernière est extrapolée à  $1 \text{ GHz}$  et estimée à environ  $30$  à  $40 \%$ . La discontinuité des courbes (vers  $10 \text{ MHz}$ ) est artificielle et est dû à la limitation en fréquence des instruments de mesure utilisés.

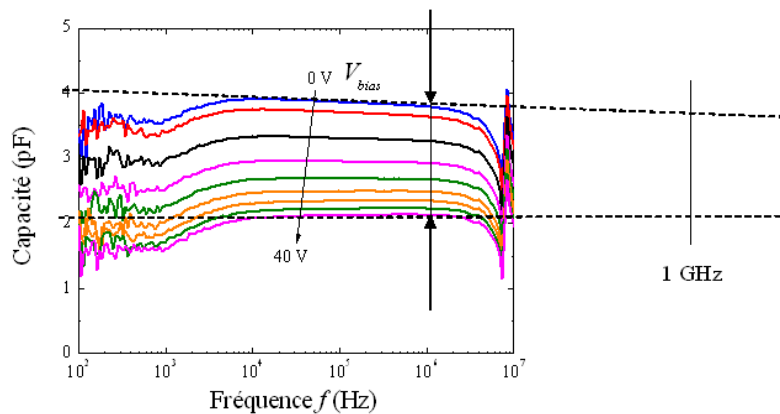


Figure V-42 – Evolution de la capacité en fonction de la tension continue (extrapolation à  $1 \text{ GHz}$ )

### IV.3.2. Mesure de l'impédance et de l'agilité d'antenne

Deux prototypes d'antenne avec l'assemblage du plan de masse ajouté, les fils pour la commande de la tension DC et le câble coaxial pour la mesure radiofréquence ont été réalisés au CEA-LETI Grenoble (Figure V-43).

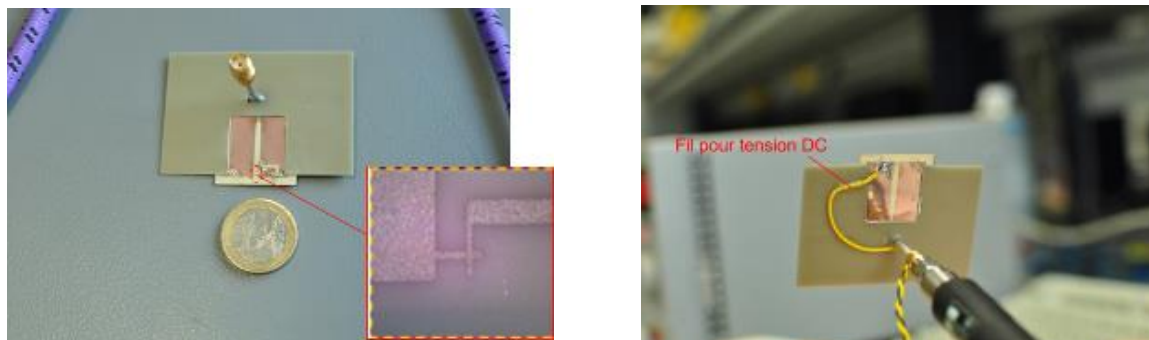


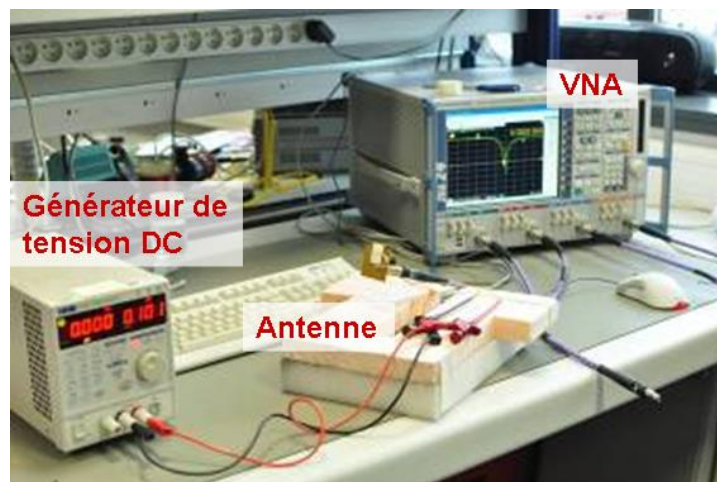
Figure V-43 – Photo du prototype d'antenne fente utilisant une capacité à base de film mince BST

La seule différence entre les deux prototypes est l'épaisseur de cuivre (200 nm pour le premier et 1000 nm pour le deuxième) déposée sur le circuit de l'antenne de 20 x 20 mm<sup>2</sup>. Les dimensions et les éléments constitutifs des prototypes d'antennes sont détaillés dans le tableau suivant :

Paramètre	Valeur	
Surface du circuit d'antenne	20 x 20 mm <sup>2</sup>	
Largeur de fente, $W$	2 mm	
Longueur de fente, $L_s$	18 mm	
Position d'alimentation, $a$	8 mm	
Substrat du circuit d'antenne	Alumine	
Epaisseur de l'électrode supérieure (cuivre)	Prototype I	Prototype II
	200 nm	1000 nm
Epaisseur de l'électrode inférieure (Platine)	200 nm	
Capacité pour DC blocage	100 pF	
Substrat du plan de masse ajouté	FR4	
Largeur du plan de masse ajouté $X$	20 mm	

**Tableau V-7 – Synthèse des paramètres des prototypes d'antennes réalisées avec les capacités BST**

La mesure de coefficient de réflexion et d'accordabilité d'antenne a été effectuée à l'aide d'un analyseur de réseau vectoriel VNA de Rhode&Schwaz 0 à 24 GHz, la tension continue est commandée par le générateur DC de TTI QL 355 (tension max 35 V). La Figure V-44 présente le banc de mesure utilisé. Le même type de mesure a été reproduit en chambre anéchoïde pour limiter les perturbations par l'environnement de mesure.



**Figure V-44 – Banc de mesure du coefficient de réflexion**



#### IV.3.2.1. Mesure du coefficient de réflexion du prototype I

La mesure du coefficient de réflexion en amplitude (dB) et de la phase est présentée sur la Figure V-45. Nous observons que l'antenne n'est pas adaptée en impédance à la première fréquence de résonance ( $F_1 \sim 900$  MHz) mais plutôt à 1,8 GHz. Ce comportement est attribué à la faible épaisseur de métallisation ( $\sim 200$  nm), qui est inférieure à l'épaisseur de peau (estimée à  $2,2 \mu\text{m}$  à 900 MHz). En effet, à 900 MHz des pertes significatives écrasent la première résonance et dégrade l'adaptation d'impédance. Ce phénomène est étudié en détail dans l'Annexe 4. Cependant, une accordabilité de l'antenne de 3 % est obtenue autour de 2 GHz (variation de fréquence entre 1,86 GHz et 1,92 GHz) en variant la tension continue de 0 à 30 V (champ électrique d'environ 300 kV/cm).

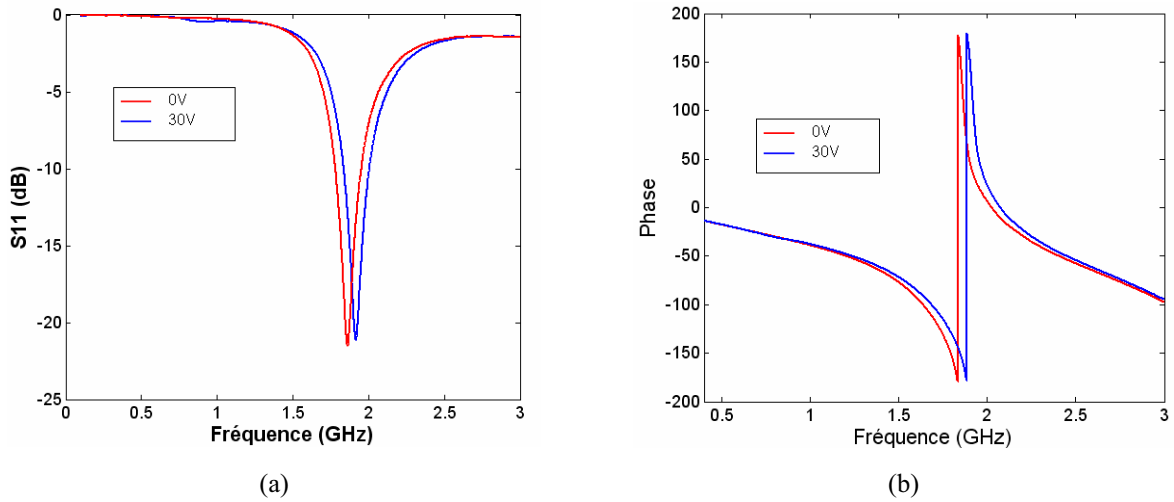


Figure V-45 – Mesure du coefficient de réflexion a) en dB et b) en phase

Pour quantifier l'efficacité de l'agilité de l'antenne, nous introduisons ici le rendement d'agilité,  $\eta_a$ , défini par la relation suivant :

$$\eta_a = \frac{TR(\%)}{E_{\max} - E_{\min} (kV / cm)} \quad (5.4)$$

Où  $E_{\min}$  et  $E_{\max}$  sont les champs électriques utilisés pour la commande.  $TR(\%)$  est l'excursion en fréquence (Tuning Range) détaillée dans le Chapitre I (paragraphe III.2).

Pour le prototype I, le rendement d'agilité,  $\eta_a$ , est de 0,01 pour un champ de 300 kV/cm et une agilité de 3 %. Or l'accordabilité de la permittivité de couche mince sous un champ électrique de 300 kV/cm a été estimée à 30 %. Cette faible valeur du rendement d'agilité d'antenne signifie que la relation entre accordabilité de la permittivité et l'agilité en fréquence de l'antenne n'est donc pas linéaire.

#### IV.3.2.2. Mesure du coefficient de réflexion de prototype II

Le deuxième prototype d'antenne réalisé possède quasiment des dimensions identiques au premier, à l'exception de l'épaisseur de la métallisation en cuivre qui est ici de l'ordre de 1



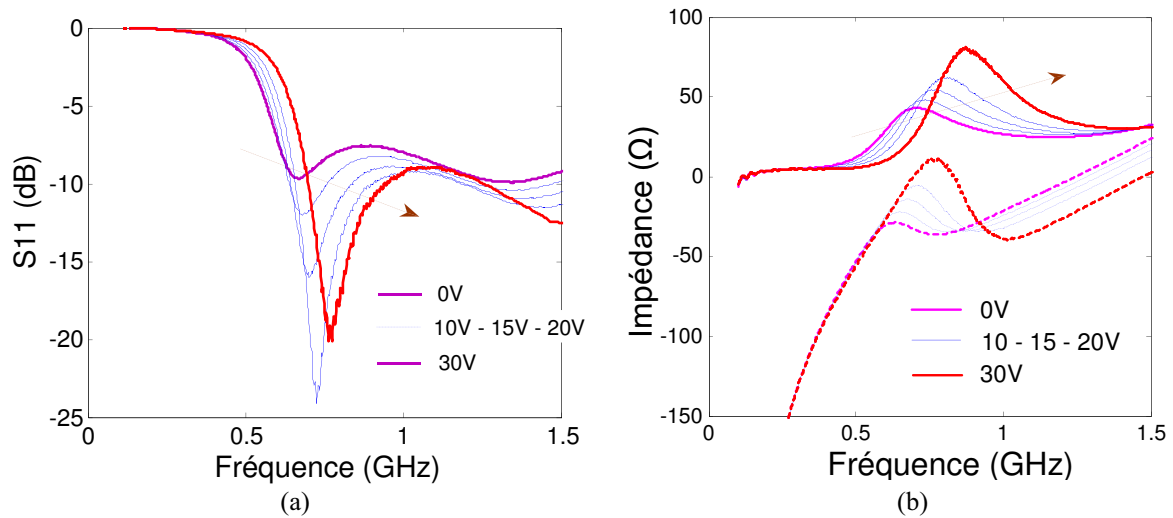
$\mu\text{m}$ , contrairement au prototype I où cette épaisseur était de 200 nm. Cela permettrait de réduire les pertes introduites par effet de peau.

Lors de la mesure, des modifications au niveau de la ligne microruban d'excitation ont été réalisées pour réadapter l'antenne comme présenté dans la Figure V-46.



**Figure V-46 – Ligne microruban d'excitation a) avant et b) après modification**

L'évolution du coefficient de réflexion et de l'impédance d'antenne mesurée en fonction de la tension continue appliquée est présentée sur la Figure V-47.



**Figure V-47 - Mesure de a) coefficient de réflexion et b) impédance (partie réelle en trait continu et partie imaginaire en trait pointillé) du prototype II**

Nous pouvons constater que l'antenne est adaptée en bande UHF. La fréquence d'adaptation varie avec l'application de la tension continue. Pour une variation de la tension continue de 0 à 30V (champ électrique de 0 à  $\sim 300$  kV/cm), nous changeons la fréquence de l'adaptation de l'antenne de 670 MHz à 774 MHz, soit une agilité en fréquence de 15,5 %.

Le rendement d'agilité,  $\eta_a$ , calculé par la formule (5.4) est de 0,05. Ce résultat est très intéressant en comparaison avec les résultats de la littérature des antennes agiles utilisant des films minces ferroélectriques. L'état actuel de l'utilisation de la technologie des films minces

ferroélectriques, montre qu'un champ électrique élevé est nécessaire afin d'obtenir une accordabilité importante de permittivité. En effet, Li et al [14] ont dû utiliser un champ de 1950 kV/cm dans leur conception d'antenne pour observer une agilité de 1,2 % en fréquence, donc un rendement d'agilité de 0,0006. Ceci voudrait dire que leur utilisation de la capacité interdigitée n'est pas optimale. Par ailleurs, des capacités MIM variables basées sur le film mince BST ont été intégrées dans un circuit d'antenne fente de type bow-tie dans le travail de Pan et al.[15]. Cette étude montre un  $\eta_a$  de 0,017. En utilisant, la structure de capacité variable décrite par Pan, Jiang et al. ont réussi à améliorer le rendement d'agilité dans leur travaux [16]. Ce qui leur a permis d'obtenir une agilité en fréquence de 9,4 % (de 5,3 à 5,8 GHz) pour un champ électrique de 280 kV/cm et donc un  $\eta_a$  de 0,03.

Par ailleurs, une estimation de la permittivité de la couche mince BST utilisée dans le prototype I a été effectuée par rétro-simulation (Figure V-48) en considérant la dimension modifiée de la ligne d'excitation et aussi la présence du câble de mesure avec une tangente de pertes  $\tan\delta = 0,05$  du film mince BST. En confrontant les simulations aux résultats de mesure, nous déduisons que la couche mince ferroélectrique a une permittivité d'environ 220 à 0V et 160 à 30 V ( $\sim 300$  kV/cm). Cette valeur est plus élevée que celle attendu, ou bien observée sur d'autres films BST.

La bande passante est plus large en mesure (Figure V-48), cela peut-être expliqué par l'effet parasite de la ligne d'excitation modifiée par l'assemblage entre le circuit d'antenne et le plan de masse ajouté, et aussi l'effet de peau (rappelons ici qu'une épaisseur minimum de 2,2  $\mu\text{m}$  est estimée pour le cuivre à 1 GHz, or l'épaisseur de la métallisation réalisée est de 1  $\mu\text{m}$ ). Ces effets parasites introduisent des pertes réduisant le facteur de qualité, d'où une plus grande bande passante.

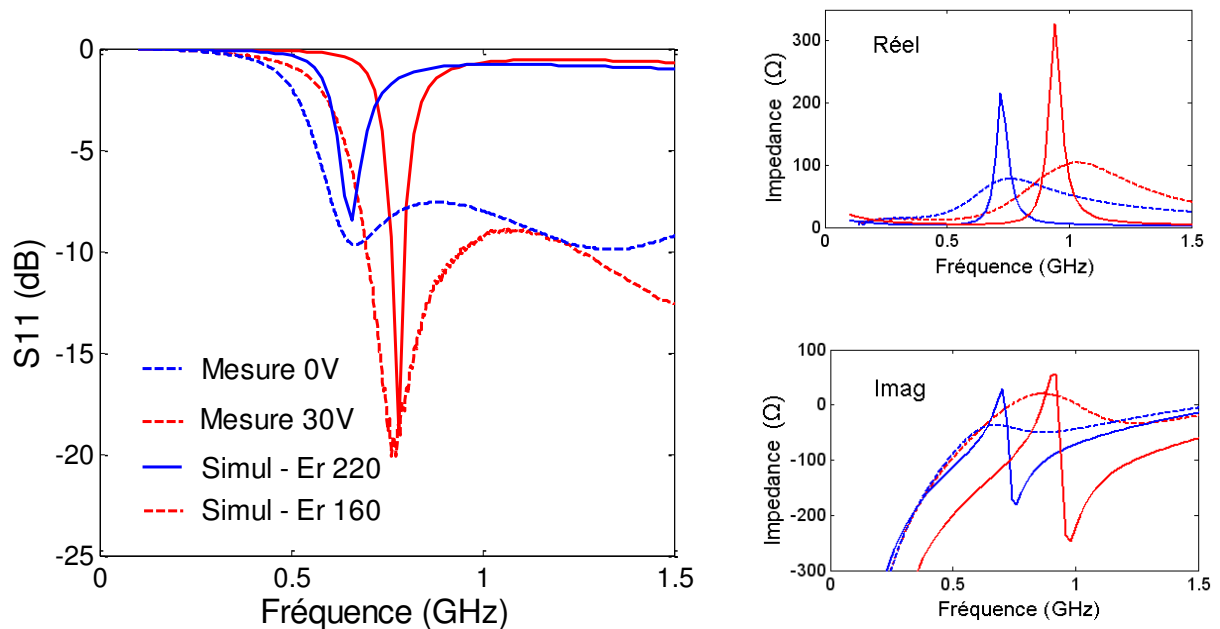


Figure V-48 – Coefficient de réflexion et l'impédance d'antenne - mesure vs rétro simulation. Le plan de référence est ramené au centre de la fente

### IV.3.3. Mesure de rayonnement

Les diagrammes du gain ont été obtenus par des mesures de l'antenne dans la chambre anéchoïde du CEA LETI à Grenoble (Figure V-51). La limite en fréquence des instruments utilisés lors de cette campagne a imposé des mesures aux fréquences supérieures à 700 MHz. Tous les résultats présentés par la suite sont obtenus avec le prototype II et avec la modification de la ligne d'excitation.

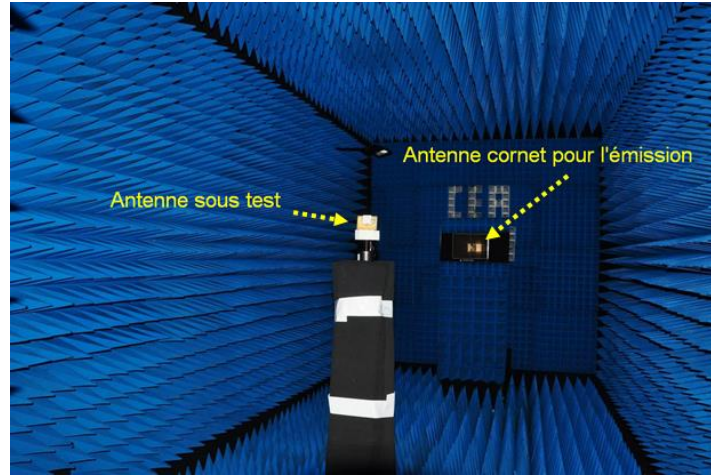


Figure V-49 – Photo d'antenne sous test dans la chambre anéchoïde

La figure V-50 présente les plans de coupe considérés pour la mesure de l'antenne. Le Tableau 3 montre les diagrammes de gain réalisés (dBi) dans les plans  $\varphi=0^\circ$ ,  $\varphi=90^\circ$  et  $\theta=90^\circ$  c'est à dire respectivement dans les plans  $xOz$ ,  $yOz$  et  $xOy$ , pour les fréquences  $F_1 = 700$  MHz (tension de 0 V) et  $F_2 = 774$  MHz (tension de 30 V).

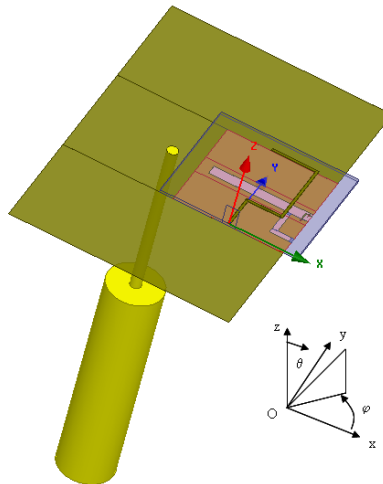
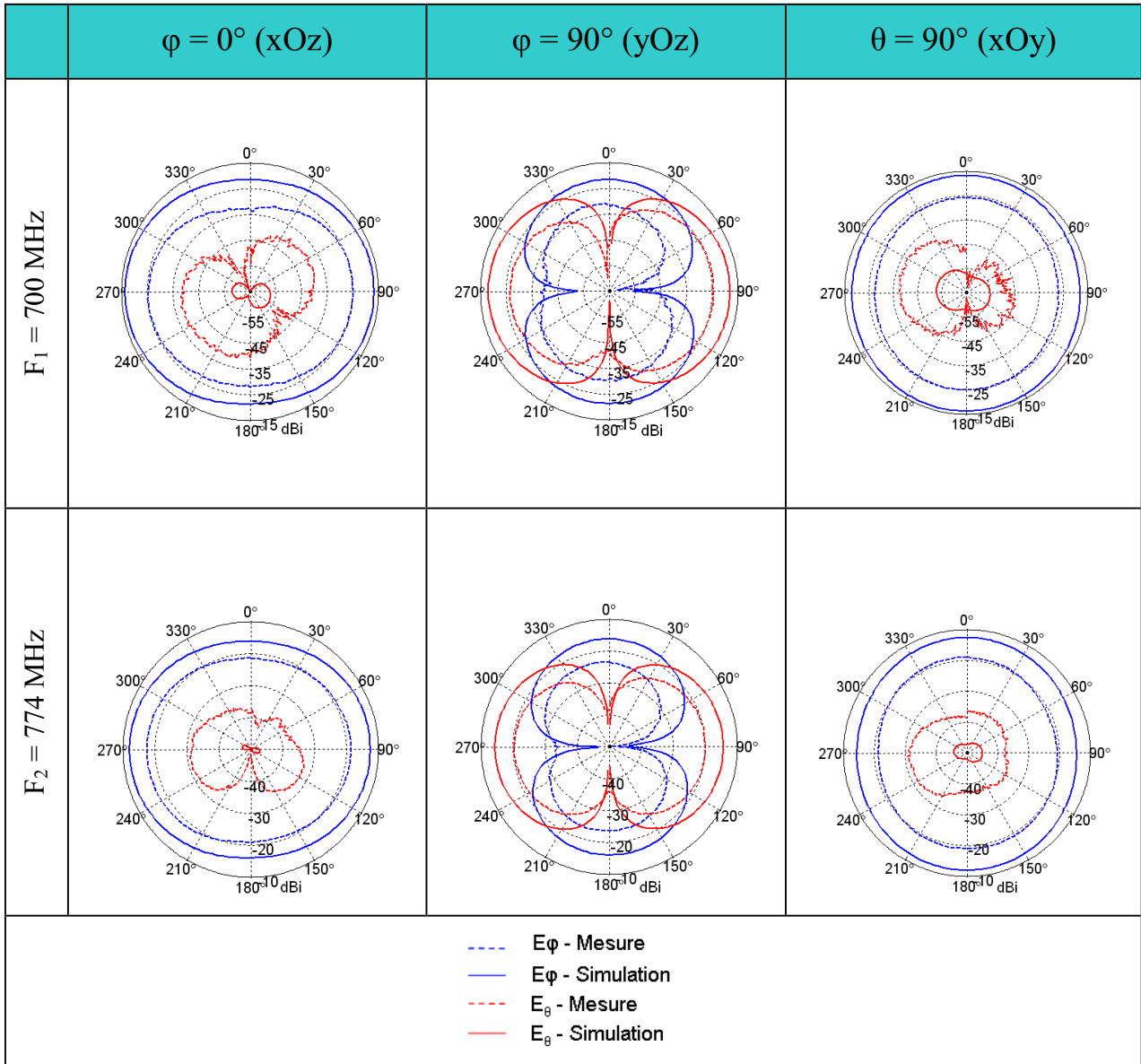


Figure V-50 – Antenne et plans de coupe pour la mesure de rayonnement

Le gain maximal réalisé de l'antenne est faible, il est de  $-25$  dBi à 0V et de  $-19$  dBi à 30V. Le gain augmente donc avec la tension continue appliquée. En effet, la permittivité de la couche mince diminue quand la tension augmente, le point de fonctionnement de l'antenne se déplace donc vers les fréquences plus hautes et l'antenne apparait électriquement plus grande,

contribuant à augmenter sensiblement son efficacité. En conséquence, nous observons bien une augmentation de gain, ce qui est conforme aux lois fondamentales des antennes miniatures.



**Tableau V-8 - Diagrammes de gain réalisé de l'antenne (dBi) simulés (en trait continu) et mesurés (en trait pointillé)**

Mais le faible niveau de gain, mesuré et simulé, est synonyme d'une efficacité réduite. Cette dernière augmente légèrement avec la tension continue, mais reste toujours aux environs de 1 à 2 % comme présenté dans la Figure V-51. Des différences significatives entre niveau de gain mesuré et simulé apparaissent. Elles sont confirmées par la comparaison des efficacités mesurées et simulées. L'origine de ces différences est abordée via l'étude des sources de perte qui suit ce paragraphe.

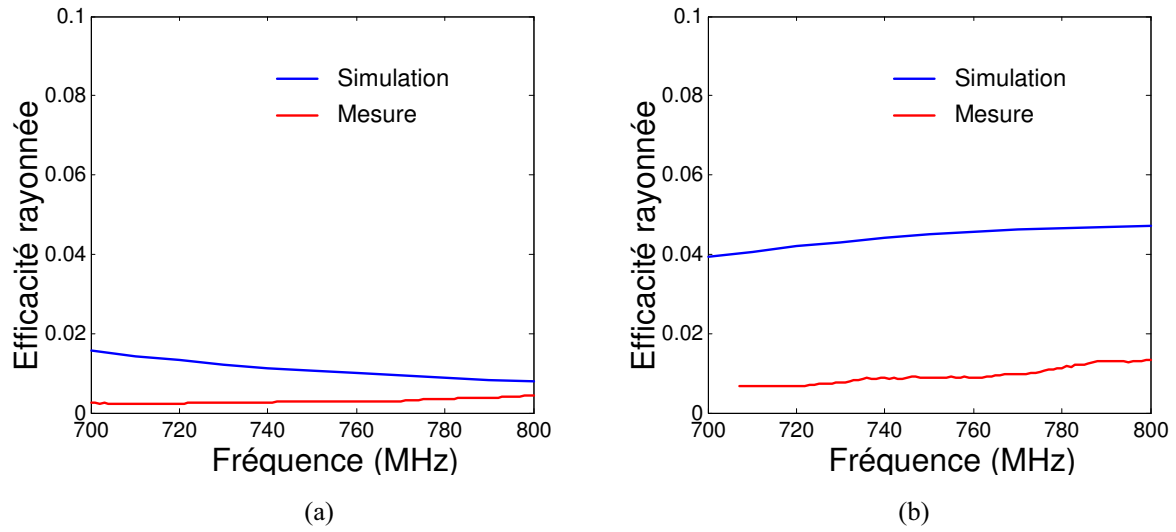


Figure V-51 – Efficacité de l'antenne simulée et mesurée a) à 0V et b) à 30V

Les valeurs du facteur de qualité ont été comparées avec les limites fondamentales des antennes miniatures calculées par Chu [17]. En observant la Figure V-52, nous pouvons constater que selon le volume équivalent considéré, qui prend en compte les dimensions du plan de masse, les résultats de simulation se rapprochent des limites fondamentales de *Chu* pour une efficacité rayonnée faible de 3 à 5 %. Vu que le volume total de la structure est de l'ordre de  $\lambda_0/11,25 \times \lambda_0/7,5 \times \lambda_0/900$  à 670 MHz, cette valeur d'efficacité s'explique par le fort taux de miniaturisation.

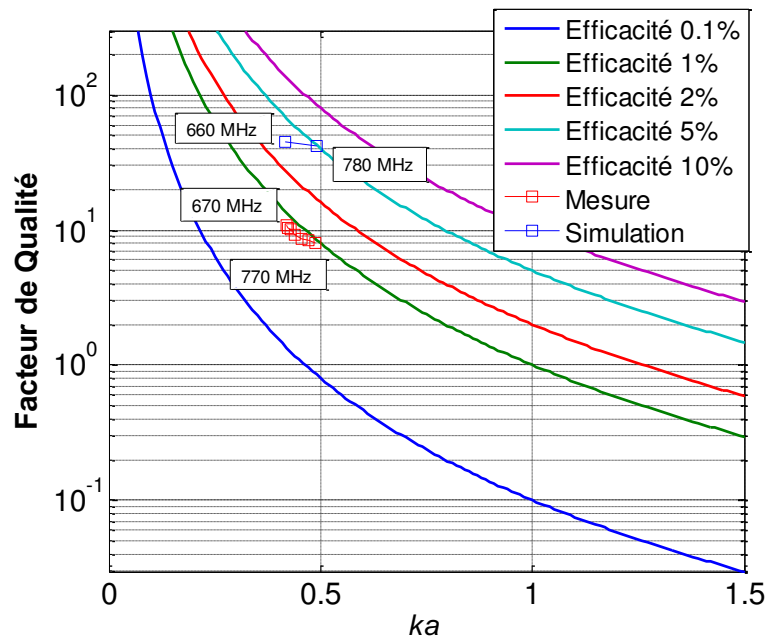


Figure V-52 - Évolution des facteurs de qualité  $Q$  simulés et mesurés en fonction de la taille électrique de l'antenne  $ka$ , et comparaison avec les limites de Chu pour différentes efficacités

#### IV.3.4. Etude des sources de pertes

Une étude des sources potentielles de pertes afin d'expliquer la faible efficacité de l'antenne, a été effectuée par simulation. Dans le premier cas, l'épaisseur de la métallisation (cuivre) est variée de  $1\ \mu\text{m}$  à  $200\ \mu\text{m}$ . Par la suite, la couche mince BST est simulée avec des pertes  $\tan\delta$  allant de 0,05 à 0,001.

Tout d'abord, les résultats de simulations avec les différentes épaisseurs de métallisation sont montrés et comparés dans la Figure V-53.

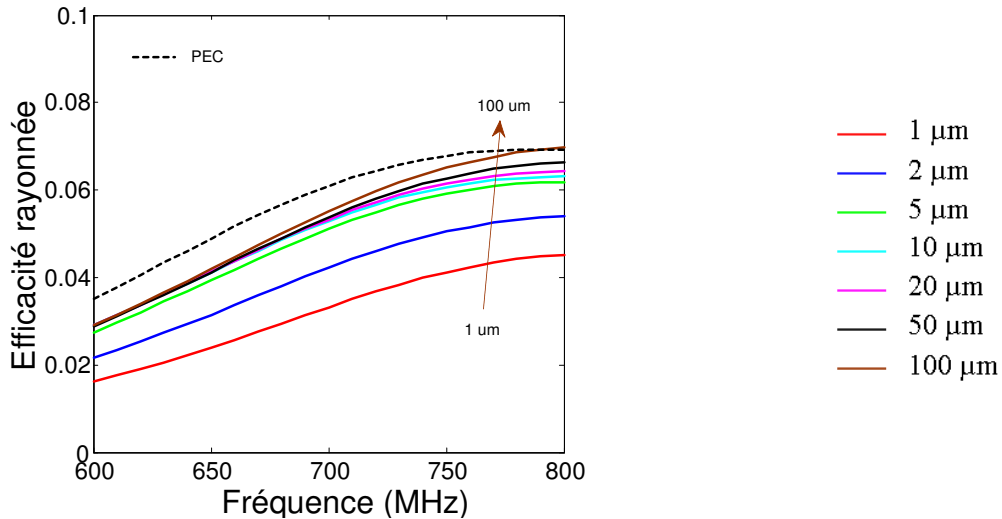


Figure V-53 - Efficacité de rayonnement en fonction de l'épaisseur du métal.  $\epsilon_r = 160$

Nous constatons que l'efficacité rayonnée de l'antenne est améliorée quand l'épaisseur de la métallisation augmente. Cela est expliqué par le fait que, les pertes introduites par l'effet de peau sont réduites avec l'augmentation de l'épaisseur de métallisation. A partir de  $5\ \mu\text{m}$  (ce qui correspond à environ 3 fois l'épaisseur de peau), les valeurs de l'efficacité convergent vers celle avec un conducteur parfait (PEC) à la fréquence de 800 MHz. Ceci, nous permet de constater que l'efficacité rayonnée de l'antenne peut être améliorée par augmentation de l'épaisseur de la métallisation, mais reste encore faible.

Une autre source de pertes peut être envisagée, c'est celle des pertes du matériau, dans notre cas c'est les pertes de la couche mince BST et du substrat d'alumine. Une autre simulation a été réalisée en réduisant les pertes de la couche mince BST de 0,05 à 0,001. Les résultats de simulation, présentés dans la Figure V-54, montrent que l'efficacité de l'antenne est augmentée drastiquement lorsque les pertes du matériau sont réduites. En diminuant les pertes du BST à 0,001, nous obtenons une efficacité de plus que 60 %. Ces résultats nous permettent de conclure que la raison principale pour la faible efficacité de l'antenne réalisée se retrouve dans les pertes de la couche mince BST.

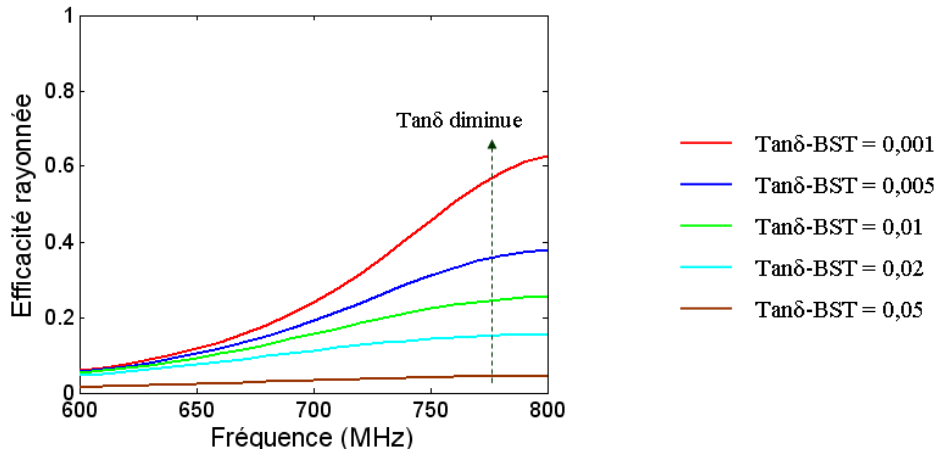


Figure V-54 – Evolution de l'efficacité rayonnée de l'antenne selon les pertes de la couche mince BST

## V. CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous avons étudié l'intégration des matériaux diélectriques et ferroélectriques en couches minces pour à la fois miniaturiser une antenne et la rendre agile.

Nous avons tout d'abord utilisé le film mince *LaTiO* pour concevoir une capacité MIM localisée à l'extrémité de la fente pour miniaturiser l'antenne. La mesure des prototypes a montré que la taille de l'antenne peut être réduite de façon importante en fonction de la valeur de la capacité (jusqu'à 64 % pour une capacité de 3,5 pF). Une comparaison, en termes de performances, avec une antenne utilisant une capacité CMS à faible pertes a été réalisée. Des résultats similaires à ceux réalisés avec la capacité *LaTiO* ont été obtenus ce qui a validé les faibles pertes introduites par ce matériau *LaTiO* développé.

D'autre part, une antenne a été rendue miniature et agile en fréquence en utilisant une autre structure de capacité MIM réalisée à l'aide de film mince BST. La possibilité de varier la fréquence de fonctionnement de l'antenne en changeant la tension de commande a été démontrée expérimentalement. Une variation de la fréquence de 670 MHz à 774 MHz a été mesurée, soit une agilité de 14,5 %, sous un champ de commande de 300 kV/cm. Un rendement d'agilité de 0,05 a été calculé. Comparé avec les résultats des études récentes utilisant des films minces ferroélectriques dans la littérature, notre rendement d'agilité plus élevé, rend notre résultat très intéressant. Pourtant, l'antenne montre une faible efficacité de rayonnement, tout en se rapprochant des limites fondamentales données par le facteur de qualité du circuit de l'antenne. Ces performances s'expliquent par le fait que le volume total de la structure est très faible par rapport à longueur d'onde de la fréquence de travail.

Les contraintes technologiques de la fabrication des prototypes d'antenne avec les matériaux intégrés et les métallisations associées, se révèlent critiques pour les performances des antennes miniatures étudiées. L'amélioration des performances des antennes développées nécessite des études complémentaires, particulièrement sur l'analyse des phénomènes de pertes introduites par la couche mince ferroélectrique et sur la réduction de ces pertes.



## RÉFÉRENCE

- [1] R. Garg, *Microstrip antenna design handbook*. Boston MA: Artech House, 2001.
- [2] W. A. Johnson, "The notch aerial and some applications to aircraft radio installations," *Proceedings of the IEE - Part B: Radio and Electronic Engineering*, no. 2, pp. 211 – 218, 1955.
- [3] R. A. Burberry, *VHF and UHF antennas*. London: P. Peregrinus on behalf of the Institution of Electrical Engineers, 1992.
- [4] H. Kuboyama, K. Fujimoto, and K. Hirasawa, "UHF bent-slot antenna system for portable equipment—II: Receiving performance in urban areas," *IEEE Transactions on Vehicular Technology*, vol. 36, no. 3, pp. 129– 134, Aug. 1987.
- [5] C. Lach, L. Rudant, C. Delaveaud, and A. Azoulay, "A new miniaturized antenna for ISM 433 MHz frequency band," in *2010 Proceedings of the Fourth European Conference on Antennas and Propagation (EuCAP)*, 2010, pp. 1–5.
- [6] H. Mosallaei and K. Sarabandi, "Magneto-dielectrics in electromagnetics: concept and applications," *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, vol. 52, no. 6, pp. 1558 – 1567, Jun. 2004.
- [7] M. A. C. Niamien, L. Dussopt, and C. Delaveaud, "Miniature switchable wideband notch antenna for multistandard wireless terminals," in *2012 6th European Conference on Antennas and Propagation (EUCAP)*, 2012, pp. 1942–1945.
- [8] A. D. Yaghjian and S. R. Best, "Impedance, bandwidth, and Q of antennas," *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, vol. 53, no. 4, pp. 1298– 1324, Apr. 2005.
- [9] Johanson technology, "High-Q Capacitors Technical datasheet," 2009.
- [10] Ansys, *Ansys HFSS*. 2012.
- [11] C. Borderon, D. Averty, R. Seveno, and H. W. Gundel, "Preparation and Characterization of Barium Strontium Titanate Thin Films by Chemical Solution Deposition," *Ferroelectrics*, vol. 362, no. 1, pp. 1–7, 2008.
- [12] S. Pavy, S. Baron, C. Borderon, and H. W. Gundel, "Wet chemical etching of BaSrTiO<sub>3</sub> ferroelectric thin films," in *Proc. International Symposium on Integrated Functionalities*, Cambridge, England., 2011.
- [13] H. W. Gundel, R. Renoud, C. Borderon, S. Pavy, A. Sharaiha, V. H. Nguyen, R. Benzerga, and C. Delaveaud, "Ferroelectric tunability: From characterization to telecommunication application," in *Applications of Ferroelectrics held jointly with 2012 European Conference on the Applications of Polar Dielectrics and 2012 International Symp Piezoresponse Force Microscopy and Nanoscale Phenomena in Polar Materials (ISAF/ECAPD/PFM), 2012 Intl Symp*, 2012, pp. 1 –4.
- [14] H.-Y. Li, H.-P. Chen, S.-C. Chen, C.-H. Tai, and J.-S. Fu, "A tunable slot loop antenna using interdigitated ferroelectric varactors," in *2012 IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium (APSURSI)*, 2012, pp. 1–2.
- [15] K. C. Pan, H. Jiang, D. Brown, C. H. Zhang, M. Patterson, and G. Subramanyam, "Frequency tuning of CPW bowtie antenna by ferroelectric BST thin film varactors," in *Aerospace and Electronics Conference (NAECON), Proceedings of the 2011 IEEE National*, 2011, pp. 1 –4.



- [16] H. Jiang, M. Patterson, D. Brown, C. Zhang, K. Pan, G. Subramanyam, D. Kuhl, K. Leedy, and C. Cerny, “Miniaturized and Reconfigurable CPW Square-Ring Slot Antenna Loaded With Ferroelectric BST Thin Film Varactors,” *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, vol. 60, no. 7, pp. 3111–3119, Jul. 2012.
- [17] L. J. Chu, “Physical Limitations of Omni-Directional Antennas,” *Journal of Applied Physics*, vol. 19, no. 12, pp. 1163–1175, Dec. 1948.

## **CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES**



Au cours de ces travaux de thèse, nous avons étudié l'utilisation de matériaux diélectriques et ferroélectriques, sous forme de films minces, pour la réalisation d'antennes miniatures et reconfigurable en radiofréquence. De nouveaux matériaux ont été étudiés et utilisés, il s'agit des composés perovskites La-Ti-O-N. La caractérisation diélectrique en basses et hautes fréquences de ces matériaux a tout d'abord été effectuée. Les résultats obtenus nous ont permis d'envisager leur intégration dans des dispositifs antennaires sous forme de capacités localisées. Des prototypes d'antennes miniatures à faibles pertes ont été ainsi réalisés et caractérisés. Parallèlement, l'utilisation du matériau ferroélectrique BST a permis la réalisation d'antennes agiles en fréquence.

Dans ce manuscrit, nous avons présenté une étude bibliographique qui nous a permis de recenser les différentes techniques de miniaturisation des antennes classiquement utilisées, mais également de présenter plusieurs méthodes permettant de les rendre agiles en fréquence. Un bref descriptif des matériaux perovskites, en particulier des composés La-Ti-O-N et BST, a permis de souligner leurs propriétés. De nombreux travaux ont récemment montré l'intégration d'un élément actif dans des antennes compactes pour permettre d'adapter leur fréquence de fonctionnement sur une plage fréquentielle importante. Pour cette étude, nous avons choisi de combiner l'utilisation de cette solution à celle de matériaux à faibles pertes pour la réalisation d'antennes miniatures agiles en fréquences.

Compte tenu de l'état de l'art sur les propriétés des matériaux La-Ti-O-N, la première partie de ce travail a été consacrée à la caractérisation de ces couches minces en haute et basse fréquence. Les méthodes de caractérisation diélectrique les plus couramment utilisées dans la bibliographie ont été étudiées et adaptées à la caractérisation de nos couches minces à faibles pertes. Deux méthodes ont été finalement sélectionnées pour la caractérisation en hautes fréquences : des lignes de transmission et des structures MIM. L'estimation de l'incertitude de ces méthodes a été réalisée par simulation et par mesure d'un matériau connu, qui ont montré une incertitude d'environ 7 % à 8 % sur la mesure de la permittivité. D'autres part, les principales sources d'erreur, telles que l'effet de l'épaisseur de la couche mince, de l'épaisseur de la ligne de transmission, de l'inductance et de la résistance parasite de la structure MIM ont été discutées. Des corrections proposées dans la littérature ont été introduites dans les modèles afin de réduire cette incertitude.

Les composés de la famille La-Ti-O-N ont été caractérisés : il s'agit de l'oxynitride  $\text{LaTiO}_2\text{N}$ , et des oxydes  $\text{LaTiO}$  et  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ . Le matériau  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  a montré des valeurs très variables et non-reproductible de sa permittivité. Cette dernière est très élevée en basses

fréquences (allant jusqu'à 1450 à 1kHz) et relativement basse en hautes fréquences (~ 60 à 10 GHz). Ce comportement a été relié à une forte dépendance des propriétés diélectriques aux caractéristiques structurales du matériau, notamment la teneur en azote, la cristallisation et aussi à la présence de défauts dans les films.

Le composé nommé *LaTiO* a montré une stabilité de ses propriétés diélectriques sur une large gamme de fréquence. Les valeurs de  $\epsilon'$  relevées sont de ~ 65 à 100 kHz et de ~ 60 à 10 GHz. Ce composé possède des valeurs de pertes diélectriques très faibles, qui sont inférieures à 0,01 et à 0,025 aux fréquences de 100 kHz et 10 GHz respectivement. Cette phase a été sélectionnée pour la réalisation d'une capacité localisée à faibles pertes dans des structures antennaires compactes.

Le composé  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  a montré un comportement différent des autres films. Il est considéré dans la littérature comme ferroélectrique avec une température de Curie très élevée ( $T_C = 1450^\circ\text{C}$ ). Ce composé a montré une constante diélectrique relativement basse (~ 70 à 100 kHz) et de faibles pertes diélectriques ( $\tan \delta < 0,1$  à 10 kHz et  $< 0,025$  à 10 GHz). Par contre, certains films ont montré, lors de leur caractérisation en basses fréquences et en structure MIM, des résultats représentatifs d'un dispositif MOS.

Concernant l'agilité des couches minces La-Ti-O-N, aucun composé n'a montré d'agilité en haute fréquence. En basses fréquences, les couches minces  $\text{LaTiO}_2\text{N}$  montrent une agilité assez importante sous l'application d'un champ statique modéré, mais les champs maximum applicables aux structures sont faibles à cause du caractère semi-conducteur de ce composé. Cette agilité en basses fréquences peut être attribuée à l'existence de nano-régions polaires dans ces composés oxynitrides perovskites, induite par un ordre azote/oxygène dans le matériau, mais aussi à la formation d'une polarisation provenant de charges d'espace ou d'interface dans les grains de la couche mince. Pour les composés  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ , certains films ont mis en évidence la présence d'un cycle dans la variation de la capacité MIM sous champ continu, ce qui serait représentatif d'un comportement ferroélectrique. Par contre, les mesures diélectriques menées à température ambiante, soit très loin de la transition ferroélectrique/paraélectrique ont montré une accordabilité assez faible, de 8 % avec un champ statique de 190 kV/cm à 10 kHz.

La dernière partie de la thèse a été consacrée à la conception et à la réalisation des structures antennaires utilisant les couches minces *LaTiO* et BST. L'utilisation de film mince *LaTiO* dans une structure de capacité MIM positionnée sur le côté ouvert d'une antenne

entaille a montré qu'il était possible de réduire les dimensions de l'antenne d'un rapport important allant jusqu'à 64 %, pour aboutir à des dimensions de l'ordre de  $\lambda_0/9,4 \times \lambda_0/4,3 \times \lambda_0/587$  à 633 MHz. Ayant un gain maximal de -1,8 dBi et une efficacité totale de 30%, la performance de cette antenne est comparable avec celle d'une antenne utilisant une capacité CMS de haut facteur de qualité. La poursuite de l'optimisation du matériau en couches minces et de la réalisation de la structure antennaire permettra d'accéder à des performances encore meilleures.

Enfin, l'intégration d'une structure de capacité MIM à base de film mince ferroélectrique BST dans le circuit d'antenne a été étudiée et a conduit à la démonstration expérimentale d'une agilité de 15,5 % sous un champ continu de 300 KV/cm. Ceci apparait comme le meilleur résultat de rendement d'agilité obtenu à ce jour sur une structure antennaire à base de couches minces perovskites. Les dimensions de la structure d'antenne sont de l'ordre de  $\lambda_0/11,25 \times \lambda_0/7,5 \times \lambda_0/900$  à 670 MHz. Cependant, en raison de la forte miniaturisation de l'antenne, l'efficacité rayonnée reste assez faible conformément aux limites fondamentales connues et également aux limites technologiques de la fabrication de l'antenne.

Plusieurs perspectives peuvent émerger de ces travaux de thèse. Tout d'abord, une analyse complémentaire des phénomènes de pertes des antennes réalisées est nécessaire afin de mieux comprendre leurs origines et ainsi tenter de les réduire. Concernant l'antenne miniature, l'utilisation d'un autre substrat pour le dépôt de la couche mince *LaTiO* peut être envisagée ( $\text{MgO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ...) afin de réduire les pertes apportées par ce substrat. Par ailleurs, pour la réalisation d'antenne avec la couche ferroélectrique BST, des améliorations technologiques devront être envisagées, notamment pour augmenter l'épaisseur des dépôts métalliques (tout en évitant le phénomène de non-adhérence de celle-ci), afin d'éviter les pertes supplémentaires liées à l'effet de peau. D'autre part, l'utilisation d'un meilleur matériau conducteur (tel que l'argent) pour la réalisation des électrodes de la capacité peuvent être envisagées.

De plus, une optimisation de la réalisation monolithique de l'antenne à base de BST est nécessaire afin de garantir une valeur de capacité optimale tout en gardant une valeur de champ nécessaire à l'agilité de cette capacité. Cette capacité peut aussi être ajustée par le choix de l'épaisseur de la couche mince BST lors du dépôt de celle-ci.

Enfin, la technique de caractérisation expérimentale des antennes miniatures est aussi un axe de développement. Les techniques non invasives actuellement en développement sont à

appliquer et à adapter pour la caractérisation précise, à la fois, des caractéristiques électriques et des propriétés de rayonnement des antennes miniatures et reconfigurables.

Par ailleurs, des optimisations peuvent être envisagées du côté matériau. En effet, l'idéal serait ici d'intégrer une capacité localisée à base de matériau accordable et à très faibles pertes. Dans ce travail de thèse, les deux matériaux utilisés sont le *LaTiO* (non accordable) pour ses faibles pertes et le BST (présentant des pertes non négligeables) pour son accordabilité. Une nouvelle composition de matériaux Sr-La-Ta-Ti-O est actuellement étudiée dans l'équipe « Matériaux Fonctionnels » de l'IETR, afin de conjuguer les deux propriétés souhaitées. Cette composition montre des premiers résultats encourageants en basses fréquences (100 kHz), à savoir des très pertes faibles ( $\sim 5.10^{-3}$ ) et aussi une agilité, certes assez faible (2,2 % pour un champ électrique relativement faible de 78 kV/cm) mais qui peut être améliorée par l'optimisation du dépôt de ce composé en couche mince.

## BIBLIOGRAPHIE DE L'AUTEUR

### Articles dans les revues avec comité de lecture

H. W. Gundel, R. Renoud, C. Borderon, S. Pavy, A. Sharaiha, **V. H. Nguyen**, R. Benzerga, C. Delaveaud, "*BST ferroelectric thin film capacitor for fine tuning of a notch slot antenna*", IEEE Transactions on Ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control (soumis en 2013).

C. Le Paven, Y. Lu, **V. H. Nguyen**, R. Benzerga, L. Le Gendre, S. Rioual, D. Benzegoutta, F. Tessier, F. Cheviré, A. Sharaiha, C. Delaveaud, X. Castel, "*A new lanthanum titanium perovskite compound: thin film deposition and high frequency dielectric characterization*", Thin Solid films (soumis en 2013).

Y. Lu, C. Le Paven, **V. H. Nguyen**, R. Benzerga, L. Le Gendre, S. Rioual, F. Tessier, F. Cheviré, A. Sharaiha, C. Delaveaud, X. Castel, "*Reactive sputtering deposition of perovskite oxide and oxynitride lanthanum titanium films: structural and dielectric characterization*", Crystal Growth and Design (soumis en 2013).

**V. H. Nguyen**, R. Benzerga, Y. Lu, C. Delaveaud, C. Le Paven, A. Sharaiha, L. Le Gendre, F. Tessier, F. Cheviré, X. Castel, "*New La-Ti-O perovskite oxide thin films for miniaturized notch antenna*", Thin Solid Films (en cours de soumission 2013).

### Conférences internationales à comité de lecture

C. Le Paven, L. Le Gendre, R. Benzerga, Y. Lu, **V. H. Nguyen**, F. Tessier, F. Cheviré, S. Rioual, A. Sharaiha, C. Delaveaud, X. Castel, "*Functional dielectric oxide and oxynitride compounds in the perovskite La-Ti-O-N system: from thin film sputtering deposition to dielectric characterization*", International Symposium on Inorganic and Environmental Materials 2013 (ISIEM 2013), 27-31 octobre (2013). Rennes, France. (Résumé soumis)

C. Le Paven, Y. Lu, **V. H. Nguyen**, R. Benzerga, L. Le Gendre, A. Sharaiha, C. Delaveaud, X. Castel, F. Tessier, F. Cheviré, "*Structural and dielectric characterization of perovskite oxide and oxynitride lanthanum titanium films deposited by reactive sputtering deposition*", 19th International Vacuum Congress (IVC-19) 9-13 September **2013**, Paris, France (communication orale)

C. Le Paven, Y. Lu, S. Rioual, L. Le Gendre, R. Benzerga, D. Benzegoutta, F. Tessier, F. Cheviré, A. Sharaiha, **V. H. Nguyen**, C. Delaveaud, "*A new lanthanum titanium oxide perovskite compound: thin film deposition and dielectric characterization*", European Materials Research Society - Spring Meeting May 27-31, Strasbourg, France (**2013**). (Communication par affiche).

Y. Lu, C. Le Paven, **V. H. Nguyen**, R. Benzerga, L. Le Gendre, F. Tessier, F. Cheviré, A. Sharaiha, C. Delaveaud, X. Castel, S. Deputier, "*Reactive sputtering deposition of perovskite oxide and oxynitride lanthanum titanium films: structural and dielectric characterization*", European Materials Research Society - Spring Meeting May 27-31, Strasbourg, France (**2013**). (Communication orale).



**V. H. Nguyen**, R. Benzerga, Y. Lu, C. Delaveaud, C. Le Paven, A. Sharaiha, L. Le Gendre, F. Tessier, F. Cheviré, X. Castel, “*New La-Ti-O perovskite oxide thin films for miniaturized notch antenna*”, European Materials Research Society - Spring Meeting 27-31 mai, Strasbourg, France (2013). (Communication par affiche).

L. Le Gendre, C. Le Paven, Y. Lu, R. Benzerga, **V. H. Nguyen**, C. Delaveaud, A. Sharaiha, F. Tessier, F. Cheviré, “*Dielectric performance of innovate oxynitride thin films*”, Business & Technology Development Unit - MURATA Electronics, 1<sup>er</sup> novembre 2012, Yasu-shi, Shiga Prefecture, Japon (séminaire invité).

L. Le Gendre, C. Le Paven, Y. Lu, R. Benzerga, **V. H. Nguyen**, C. Delaveaud, A. Sharaiha, F. Tessier, F. Cheviré, “*Processing, crystallization behavior and dielectric performance of perovskite LaTiOxNy thin films*”, 2<sup>ème</sup> Workshop NIMS – Université de Rennes 1 “Materials and Sustainable development : Issues and Challenges of the 21<sup>st</sup> century”, 29 - 30 octobre 2012, Tsukuba, Japon (conférence invitée).

H. W. Gundel, R. Renoud, C. Borderon, S. Pavy, A. Sharaiha, **V. H. Nguyen**, R. Benzerga, C. Delaveaud, “*Ferroelectric tunability: from characterization to telecommunication application*” ISAF “International Symposium on Applications of Ferroelectrics” 9- 13 juillet 2012, Aveiro, Portugal (conférence invitée).

**V. H. Nguyen**, C. Borderon, R. Benzerga, C. Delaveaud, A. Sharaiha and H. W. Gundel, “*Miniaturized and Reconfigurable Notch Antennas Using a BST Thin Film Varactor*” 2012 IEEE, “International Symposium on Antennas and Propagation and USNC-URSI National Radio Science Meeting” 8 – 14 juillet 2012, Chicago, USA (communication orale).

C. Le Paven, Y. Lu, **V. H. Nguyen**, R. Benzerga, L. Le Gendre, C. Delaveaud, A. Sharaiha, X. Castel, S. Deputier, F. Tessier, F. Cheviré, “*Dielectric and structural characterizations of La-Ti-O-N perovskite thin films*”, ISNT 2012 “7<sup>th</sup> International Symposium on Nitrides”, 3 - 6 juin 2012, Saint-Malo, France (communication orale).

**V. H. Nguyen**, R. Benzerga, Y. Lu, C. Delaveaud, C. Le Paven, A. Sharaiha, L. Le Gendre, F. Tessier, F. Cheviré, X. Castel, “*New thin film varactor for frequency tunable slot antenna*”, EUCAP 2012 “The 6<sup>th</sup> European Conference on Antennas and Propagation”, 26 - 30 mars 2012, Prague, République Tchèque (communication orale).

**V. H. Nguyen**, A. Ziani, R. Benzerga, C. Le Paven-Thivet, D. Fasquelle, Y. Lu, L. Le Gendre, X. Castel, C. Delaveaud, F. Tessier, et al. “*Dielectric LaTiOxNy oxynitride thin films*”, 1<sup>er</sup> Workshop NIMS - Université de Rennes 1 "Materials and Sustainable development : Issues and Challenges of the 21<sup>st</sup> century", France (2011).

**V. H. Nguyen**, A. Ziani, R. Benzerga, C. Le Paven-Thivet, D. Fasquelle, Y. Lu, L. Le Gendre, X. Castel, C. Delaveaud, F. Tessier, et al. “*Dielectric oxynitride laTiOxNy thin films*”, European Materials Research Society - Spring Meeting 2011, France (2011).

### **Conférences nationales à comité de lecture**

**V. H. Nguyen**, R. Benzerga, C. Delaveaud, A. Sharaiha, Y. Lu, C. Le Paven, L. Le Gendre, X. Castel, “*Miniaturisation d’antenne par utilisation de capacité MIM à base de couche mince La-Ti-O*”, JNM 2011 “18<sup>èmes</sup> Journées Nationales Microondes”, 15-17 Mai **2013** – Paris, France (communication orale).

Y. Lu, D. Benzegoutta, **V. H. Nguyen**, R. Benzerga, C. Le Paven, L. Le Gendre, A. Sharaiha, C. Delaveaud, F. Tessier, F. Cheviré, “*Dépôt et caractérisation de couches minces diélectriques La-Ti-O-N*”, Ion Beam Analysis Francophone - 4<sup>e</sup> Rencontre "Analyse par faisceaux d'ions rapides" 11 - 14 décembre **2012**, Château de Cadarache, Saint-Paul-Lès-Durance, France (communication par affiche).

**V. H. Nguyen**, R. Benzerga, C. Delaveaud, A. Sharaiha, Y. Lu, C. Le Paven, L. Le Gendre, X. Castel, “*Caractérisation à basse et haute fréquence de films minces diélectriques LTON*”, JCMM 2012 “12<sup>èmes</sup> Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux”, 28 - 30 mars **2012**, Chambéry, France (communication orale).

Y. Lu, **V. H. Nguyen**, C. Le Paven, L. Le Gendre, R. Benzerga, F. Tessier, F. Cheviré, C. Delaveaud, A. Sharaiha, “*Propriétés diélectriques des couches minces perovskites dans le système La-Ti-O-N*”, JCMM 2012 “12<sup>èmes</sup> Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux”, 28 - 30 mars **2012**, Chambéry, France (communication par affiche).

**V. H. Nguyen**, Y. Lu, C. Le Paven, R. Benzerga, L. Le Gendre, X. Castel, C. Delaveaud, A. Sharaiha, F. Tessier, F. Cheviré, “*Filtres hyperfréquences agiles en fréquence à base de films perovskites oxynitrures*”, JNM 2011 “17<sup>èmes</sup> Journées Nationales Microondes”, 18-19-20 Mai **2011** – Brest, France (communication par affiche).



## **ANNEXES**



## Annexe 1 : Paramètres de dépôt des films La-Ti-O-N

Films cités dans le chapitre III :

### Dépôt à partir de cible oxyde $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ :

Echantillon	Substrat	$P_{RF}$ (W)	$T_s$ (°C)	$P_T$ (mTorr)	% $\text{O}_2$	% $\text{N}_2$	$E_p$ (nm)	Cristallisation
LTO-102	MgO	60	800	16	0	50	240	$\text{LaTiO}_2\text{N}$ polycristallin
LTO-119	MgO	100	800	25	25	0	510	$\text{LaTiO}$ texturé mixte

### Dépôt à partir de cible oxynitruure $\text{LaTiO}_2\text{N}$ :

Echantillon	Substrat	$P_{RF}$ (W)	$T_s$ (°C)	$P_T$ (mTorr)	% $\text{O}_2$	% $\text{N}_2$	$E_p$ (nm)	Cristallisation
LTON-552	MgO	60	750	17	0	0	376	$\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ polycristallin
LTON-555	MgO	60	750	17	0	0	784	$\text{LaTiO}_3$ polycristallin
LTON-567	MgO	60	750	17	0	10	280	$\text{LaTiO}_2\text{N}$ polycristallin

## Films cités dans le chapitre IV :

Dépôt à partir de cible oxyde  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  :

Echantillon	Substrat	$P_{RF}$ (W)	$T_s$ (°C)	$P_T$ (mTorr)	% $\text{O}_2$	% $\text{N}_2$	Ep (nm)	Cristallisation
LTO-85	Pt/Si	60	800	27	25	0	300	LaTiO texturé
LTO-86	MgO	60	800	9	25	0	310	LaTiO texturé mixte
LTO-104	Pt/Si	60	800	16	0	50	240	LaTiO <sub>2</sub> N polycristallin
LTO-112	MgO	80	800	27	25	0	1200	LaTiO texturé mixte
LTO-114	Pt/Si							LaTiO texturé
LTO-115	MgO	100	800	25	25	0	800	LaTiO texturé mixte
LTO-118	Pt/Si							LaTiO texturé
LTO-120	Nb: STO	100	800	25	25	0	510	LaTiO texturé
LTO-121	Pt/MgO							LaTiO texturé
LTO-123	Pt/Si							LaTiO texturé
LTO-125	STO:Nb	100	700	25	25	0	950	LaTiO texturé
LTO-126	Pt/MgO							LaTiO texturé
LTO-127	Pt/STO							LaTiO texturé
LTO-129	Pt/Si							LaTiO texturé
LTO-138	Pt/STO	100	800	25	0	2	590	LaTiO (110)
LTO-176	STO:Nb	100	800	17	0	5	400	LaTiO <sub>2</sub> N texturé
LTO-180	STO:Nb	100	800	15	0	50	300	LaTiO <sub>2</sub> N polycristallin

Dépôt à partir de cible oxy-nitruée LaTiO<sub>2</sub>N :

Echantillon	Substrat	P <sub>RF</sub> (W)	T <sub>s</sub> (°C)	P <sub>T</sub> (mTorr)	% O <sub>2</sub>	% N <sub>2</sub>	Ep (nm)	Cristallisation
LTON-155	MgO	30	800	15	0	71	350	LaTiO <sub>2</sub> N polycristallin
* LTON-588	Pt/STO	60	750	19	0	0	212	La <sub>2</sub> Ti <sub>2</sub> O <sub>7</sub> polycristallin
* LTON-590	MgO							
* LTON-592	Pt/Si							
* LTON-593	STO:Nb	60	800	19	0	0	300	La <sub>2</sub> Ti <sub>2</sub> O <sub>7</sub> texturé

- Ces films ont été réalisés après une ouverture de l'enceinte de dépôt.

**Films cités dans le chapitre V (Films pour prototypes d'antenne) :**

Echantillon	Cible	Substrat	P <sub>RF</sub> (W)	T <sub>s</sub> (°C)	P <sub>T</sub> (mTorr)	% O <sub>2</sub>	% N <sub>2</sub>	Ep (nm)	Cristallisation
LTO-114	La <sub>2</sub> Ti <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	Pt/Si	80	800	27	25	0	1200	LaTiO texturé
LTO-145	La <sub>2</sub> Ti <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	Pt/STO	100	600	25	25	0	470	LaTiO texturé



**Propriétés diélectriques des substrats utilisés :**

Substrat	Permittivité	Tangent de pertes	Fréquence	Références
Si	11,9	0,005	1 GHz	<a href="http://ieeexplore.ieee.org/xpls/abs_all.jsp?arnumber=1717770&amp;tag=1">http://ieeexplore.ieee.org/xpls/abs_all.jsp?arnumber=1717770&amp;tag=1</a>
		0,015	10 GHz	
MgO	9,8	$9.10^{-3}$	10 GHz	SPI supplies <a href="http://www.2spi.com/catalog/substrat/magnesium-oxide.shtml">http://www.2spi.com/catalog/substrat/magnesium-oxide.shtml</a>
STO	310	$2.10^{-2}$ à $5.10^{-4}$	10 GHz	MTI corporation <a href="http://mtixtl.com/srtio310010x5x05mm1sp-2.aspx">http://mtixtl.com/srtio310010x5x05mm1sp-2.aspx</a>

## Annexe 2: Caractérisation des capacités CMS

### A2.1. Carte de caractérisation

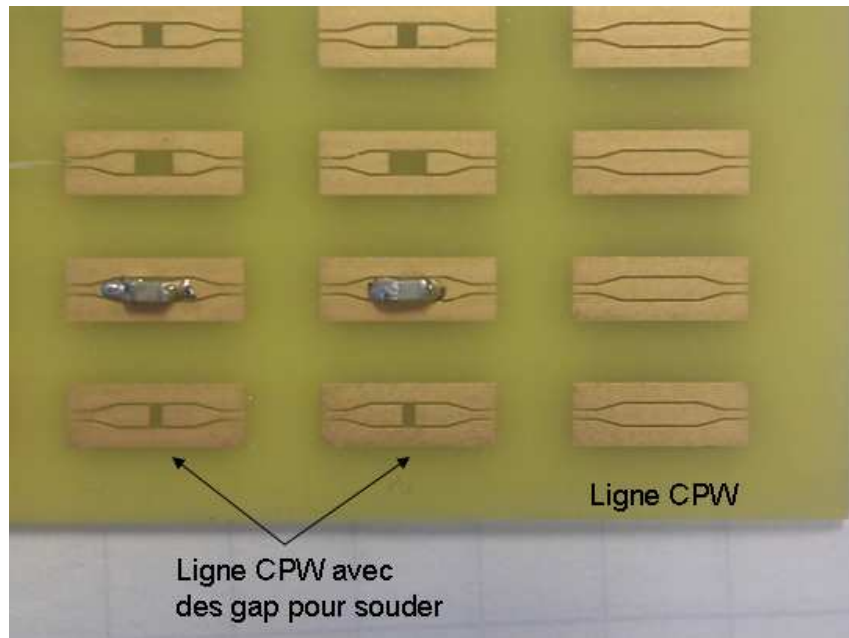


Figure A2-1 - Carte de caractérisation

La carte de caractérisation se compose de lignes CPW incluant des ouvertures de longueur variable (0,5 – 1,7 mm) pour le placement des dispositifs à caractériser (Figure A2-1 et Figure A2-2).

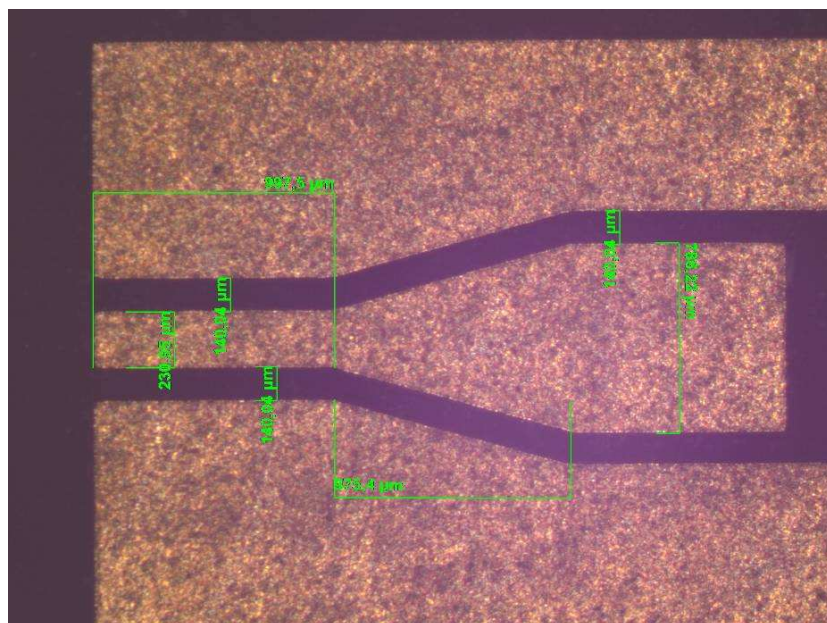


Figure A2-2 - Dimensions de la ligne de caractérisation

La ligne de caractérisation se compose de 3 types de tronçons afin d'adapter les dimensions à la fois aux pointes de mesure et aux boîtiers des dispositifs à mesurer :

- Ligne CPW de 2 côtés pour la mesure sous pointe :  $W = 230 \mu\text{m}$ ,  $G = 140 \mu\text{m}$ , longueur = 1 mm ;
- Ligne CPW centrale :  $W = 780 \mu\text{m}$ ,  $G = 140 \mu\text{m}$ , longueur = 3 mm ;
- Ligne CPW « tapered » pour la transition entre deux lignes CPW.

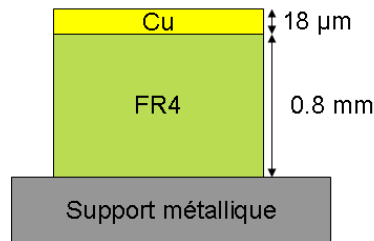


Figure A2-3 - Empilement des couches

Les lignes sont dimensionnées afin de garantir une impédance caractéristique de 50 Ohms.

## A2.2.Procédure de caractérisation

La caractérisation des capacités CMS est réalisée en deux étapes, la première consiste à valider le modèle de simulation, et la seconde, à déterminer les propriétés de la capacité.

1. Validation du modèle de simulation avec les lignes CPW : elle consiste à simuler des lignes CPW, utilisant les paramètres réels (géométrie de réalisation) de la capacité. Les résultats de cette simulation sont comparés aux résultats de mesures sous pointe de la capacité CMS.
2. Détermination des propriétés des capacités CMS : elle consiste à simuler les lignes CPW avec les composants C, R, L en série. Les valeurs de C, de R et de L sont modifiées pour retrouver les résultats de mesure précédents par cette nouvelle simulation.

### A2.2.1. Validation par les lignes CPW

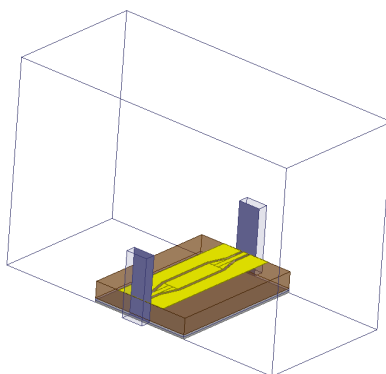


Figure A2-4 - Modèle de ligne CPW sous HFSS et Designer

La Figure A2-5 présente les résultats de simulation et de mesure de la capacité CMS. Nous pouvons observer sur cette figure que les résultats de simulation sont très proches de ceux trouvés par la mesure sur la carte de caractérisation. Ceci valide les modèles de simulation pour la caractérisation. La simulation sous Designer donne des résultats plus proches à la mesure que ceux obtenus sous HFSS. Nous allons donc utiliser le modèle sous Ansoft Designer pour la détermination des propriétés des capacités CMS.

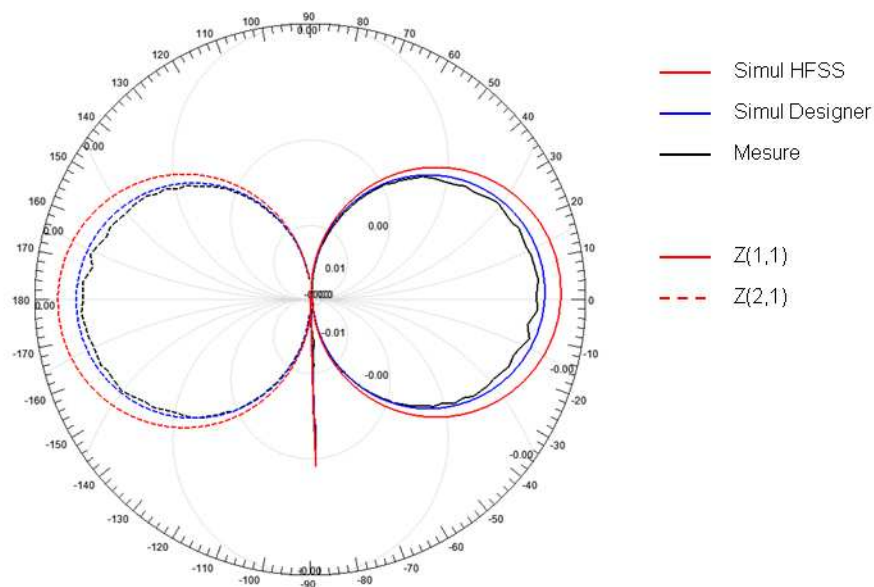
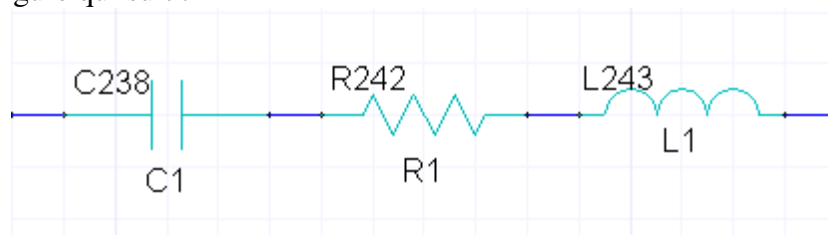


Figure A2-5 - Comparer les résultats entre simulation et mesure

### A2.2.2. Détermination des propriétés des capacités CMS

Les capacités CMS caractérisées ici sont fabriquées par Johanson Technology. Deux capacités de valeur de 0,8 pF et 1,8 pF vont être utilisées pour cette caractérisation.

Les capacités CMS sont évaluées en utilisant le modèle équivalent : L R C en série comme montré dans la figure qui suit :



FigureA2-6 – Modèle équivalent de capacité CMS

## 1) Capacité 0,8 pF (Numéro de série : 251R14S0R8BV4T)

Comparaison de la simulation à la mesure sous Designer

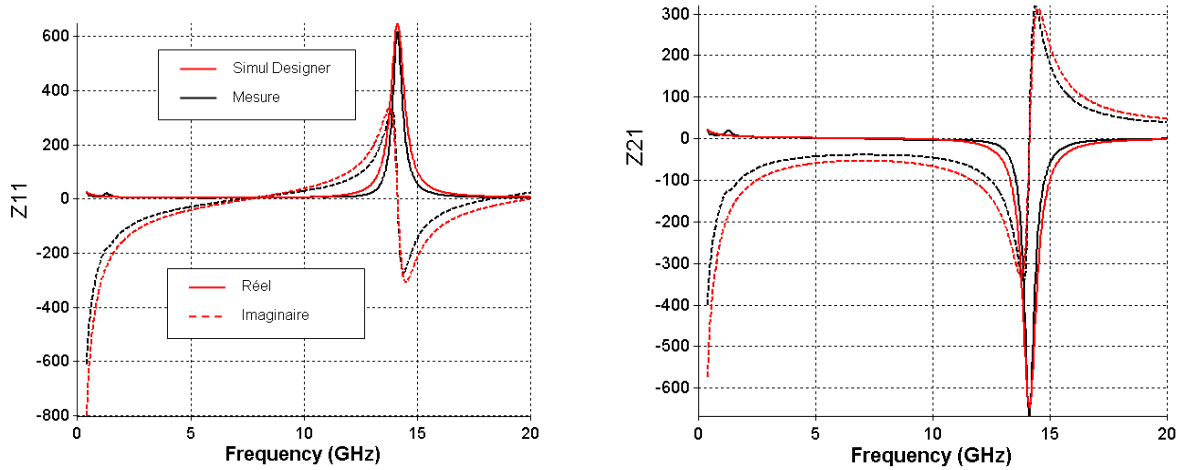


Figure A2-7 - Impédance

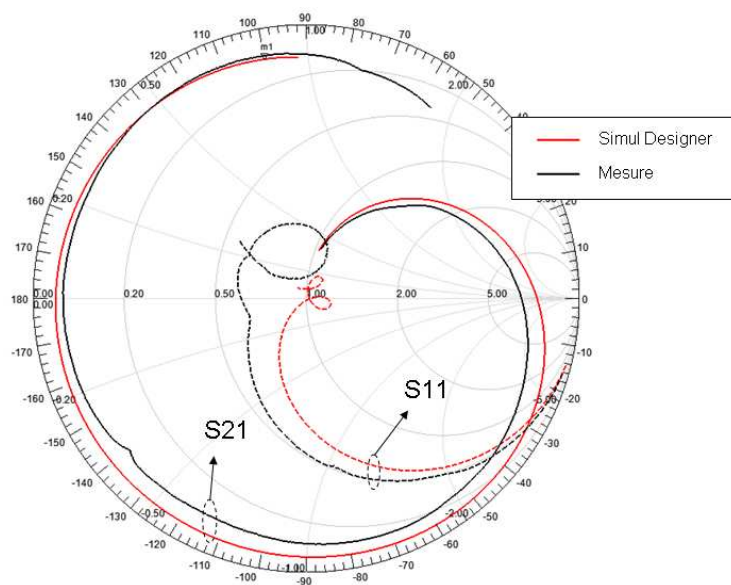


Figure A2-8 -Paramètres S

Valeurs obtenues : les valeurs obtenues de la caractérisation de la capacité CMS de 0,8 pF sont :  $C = 0,72 \text{ pF}$ ,  $R = 1,7 \text{ Ohm}$  et  $L = 0,55 \text{ nH}$ .

## 2) Capacité 1,8 pF (Numéro de série : 251R14S1R8BV4T)

Comparaison de la simulation à la mesure sous Designer

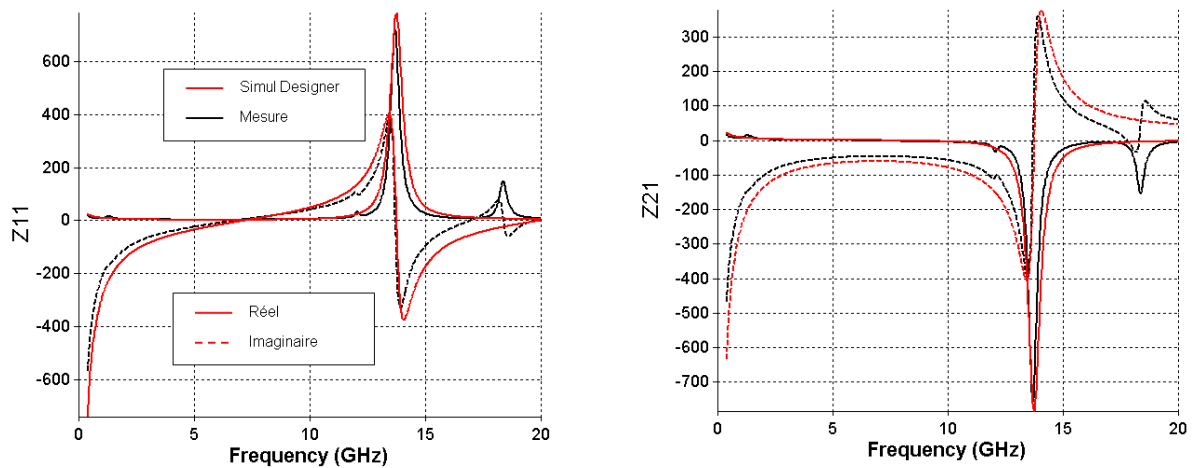


Figure A2-9 - Impédance

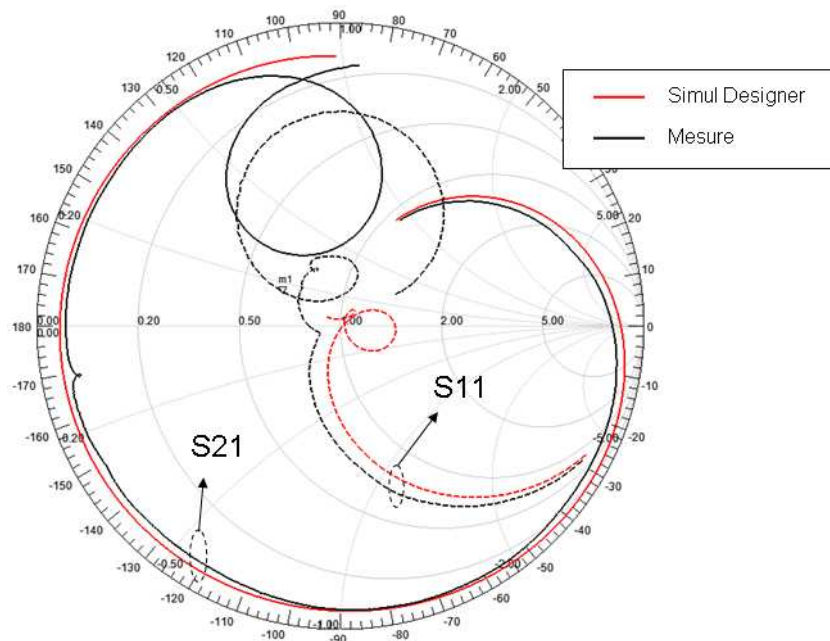


Figure A2-10 - Paramètres S

Valeurs obtenues : les valeurs obtenues de la caractérisation de la capacité CMS de 1,8 pF sont :  $C = 1,72$  pF,  $R = 0,8$  Ohm et  $L = 0,51$  nH

A l'exception de la résonance en haute fréquence obtenue en mesure uniquement, les valeurs des paramètres du modèle équivalent nous donnent des courbes qui sont très proches de celles de la mesure.



### A2.3.Mesure des capacités CMS avec un pont LRC à basse fréquence

Le tableau qui suit regroupe les caractéristiques des capacités CMS obtenues lors de la caractérisation en basses fréquences.

	C = 0,8 pF		
	1 kHz	10 kHz	100 kHz
C (pF)	0,79	0,79	0,79
R (k $\Omega$ )	620	62	6,2
L (H)	$32 \cdot 10^3$	322	3,2
Q	350	350	350

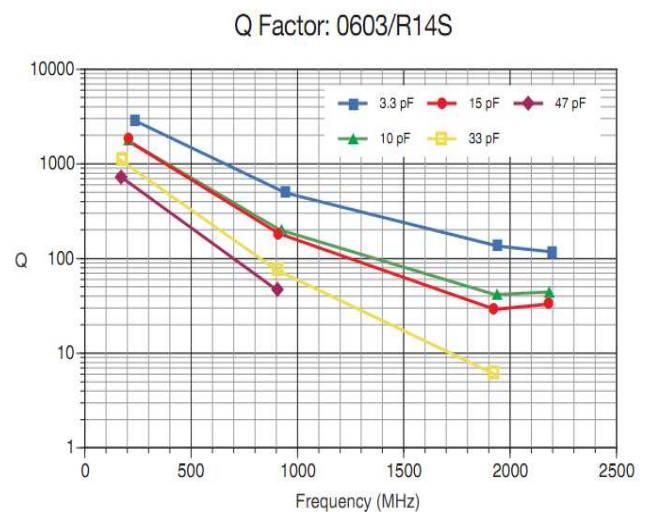
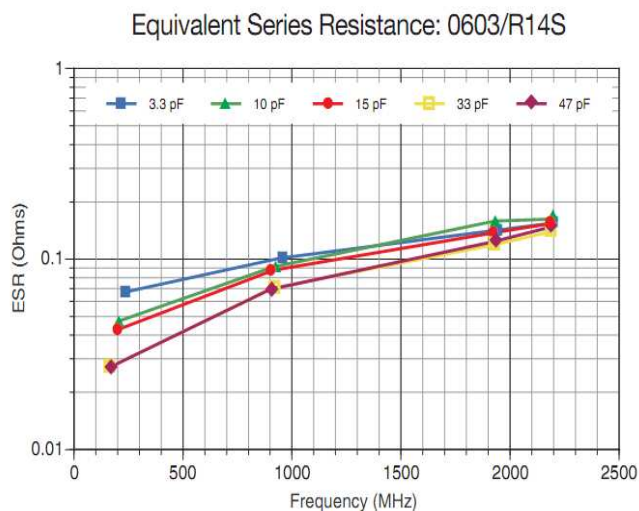
  

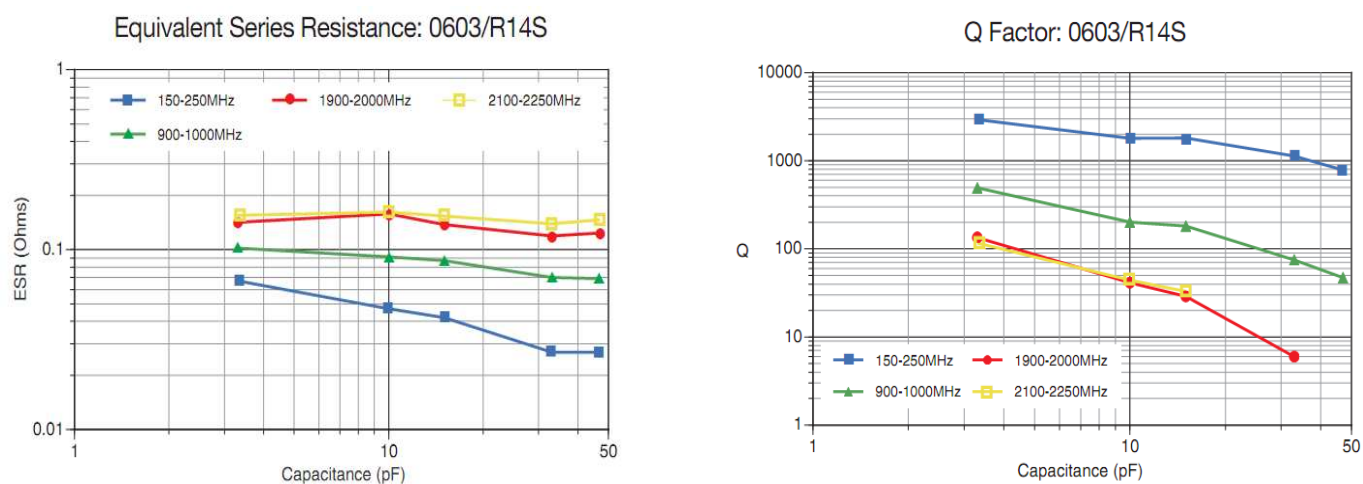
	C = 1,8 pF		
	1 kHz	10 kHz	100 kHz
C (pF)	1,79	1,79	1,79
R (k $\Omega$ )	230	23	2,3
L (H)	$14 \cdot 10^3$	142	1,4
Q	400	400	400

Tableau A2-1- Caractéristiques des capacités CMS mesurées en basses fréquences

### A2.4.Données du constructeur

Selon les données du constructeur (Figure A2-10), la valeur de la résistance séries peut-être estimée à environ 0,15  $\Omega$  à 2 GHz pour une capacité de 3,3 pF. Comparée aux valeurs trouvées par la caractérisation (1,7  $\Omega$  pour la capacité de 0,8 pF et 0,8  $\Omega$  pour la capacité de 1,8 pF), cette valeur est plus faible. Ceci peut-être dû aux conditions de caractérisation qui sont différentes et aussi à la qualité de la soudure. Cette dernière a introduit des pertes conductrices et qui ont induit une valeur de résistance série équivalente plus élevée.



**Figure A2-11 - Données constructeur des capacités CMS**





## Annexe 3

### Dépôt de couches minces BST ( $Ba_{0,80}Sr_{0,20}TiO_3$ )

Le dépôt de couches minces BST a été réalisé par l'équipe Matériaux Fonctionnels de l'IETR, Université de Nantes. Ces dépôts ont été réalisés par voie chimique (Dépôt Chimique en Solution CSD). Le détail des différentes étapes de cette réalisation est résumé dans ce qui suit.

Cette méthode utilise des acétates. L'acétate de baryum et de strontium sont en premier lieu dissous dans de l'eau distillée et dans de l'acide acétique anhydre en proportion stœchiométrique (Figure A3-1). La solution est ensuite chauffée sous agitation magnétique afin d'obtenir une solution homogène. Après dissolution, la solution est refroidie à température ambiante.

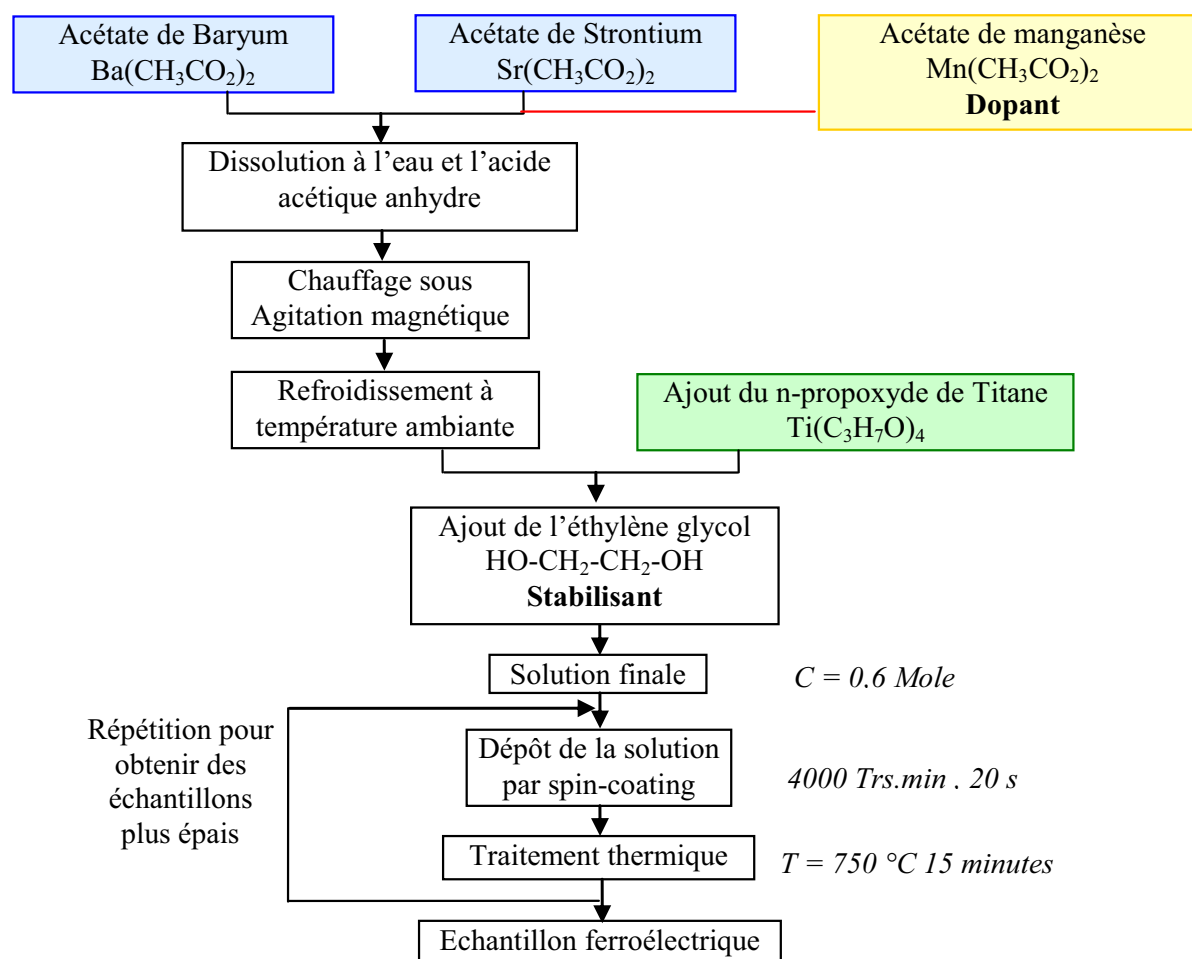


Figure A3-1 : Organigramme du procédé de fabrication réalisé au laboratoire des couches minces ferroélectriques [1].

En second lieu, le *n*-propoxyde de titane est ajouté à la solution. Ce dernier va réduire la sensibilité de la solution à l'hydrolyse et assurer une meilleure stabilité de cette solution précurseur à l'air afin de lui garantir ces propriétés de viscosité, de mobilité des ions...

Un stabilisant, tel que l'éthylène glycol, est finalement ajouté à la solution. Il permettra tout d'abord la mobilité des atomes lors de la cristallisation de la couche mince (grâce à son point d'ébullition élevé) [2], mais aussi d'éviter la formation de craquelures lors de cette cristallisation [3].

Enfin, pour obtenir des échantillons ferroélectriques, la solution précurseur est déposée par spin-coating (dépôt à partir de la force centrifuge) sur un substrat d'alumine, préalablement nettoyé et précuit à la même température que les couches ferroélectriques qui y seront ensuite déposées. L'utilisation d'acétate amène à la formation de phases intermédiaires d'oxo carbonate ( $Ba_2Ti_2O_5CO_3$  et  $Sr_2Ti_2O_5CO_3$ ) prédominantes à 600°C [4] qui augmentent la température de cristallisation du BST. L'échantillon ferroélectrique est donc introduit dans un four préchauffé à 750°C pendant 15 minutes permettant la cristallisation dans la phase pérovskite de la couche mince déposée. Le procédé utilisé est donc un procédé à une seule étape puisque aucun séchage n'est effectué avant la cristallisation de la couche [3]. Ce procédé permet d'obtenir une grande mobilité des atomes due à la présence des solvants lors de la cristallisation [3] et permet d'obtenir une taille de grains maximale [4]. Les étapes de dépôt et de recuit sont ensuite répétées plusieurs fois afin d'obtenir un échantillon ferroélectrique de grande épaisseur (500 nm à 1  $\mu$ m).

**Remarque :** Des lacunes d'oxygène sont souvent présentes dans le matériau ainsi réalisé, et qui augmentent les pertes diélectriques notamment à basses fréquences. Pour diminuer ces pertes et augmenter le champ électrique de claquage, un dopage avec un accepteur d'électron est requis. Ici, l'acétate de manganèse est dissout dans la solution en même temps que les acétates de baryum et de strontium (Figure -1). Le manganèse  $Mn^{2+}$  se substitue au titane  $Ti^{4+}$ , améliorant ainsi les propriétés diélectriques du matériau BST dopé.

[1] C. Borderon, Thèse de l'Université de Nantes (2008).

[2] N.V. Giridharan, R. Jayavel, P. Ramasamy, Crystal Research and Technology 36/1, pp 65(2001).

[3] R.W. Schwartz, T. Schneller, R. Waser, Comptes Rendus Chimie 7/5, pp 433(2004).

[4] S. Hoffmann, R. Waser, Journal of the European Ceramic Society 19/5-6, pp 1339(1999).

## Annexe 4 : L'effet de peau

Comme montré dans le chapitre V, paragraphe IV.3.2.1, l'impédance de l'antenne est perturbée par la faible épaisseur de métallisation, qui contribue à écraser la première résonance. Celle-ci est à peine visible sur la Figure A4-1 montrant l'impédance de l'antenne réalisée avec une métallisation de 200 nm.

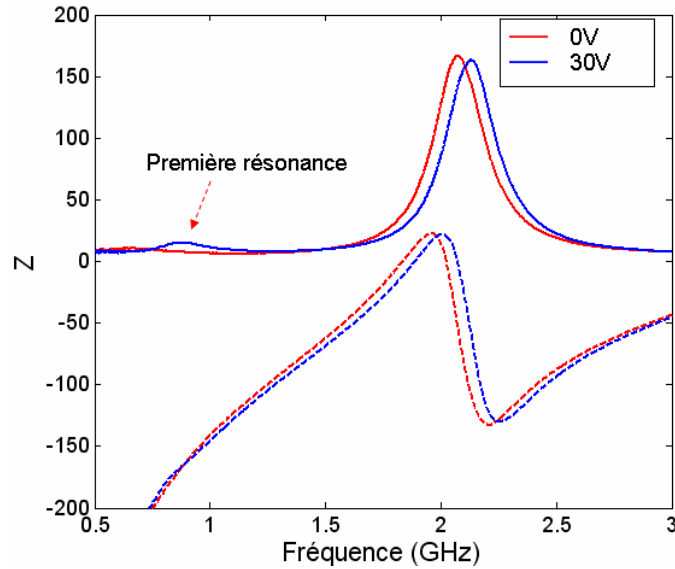


Figure A4-1 – Mesure l'impédance, plan de référence au bout de la ligne microruban

Pour l'étude de l'influence de la faible épaisseur de métallisation, nous appuyons notre analyse sur une approche basée sur l'effet de peau qui siège aux fréquences élevées dans les conducteurs

### A4.1. Approximation de l'effet de peau

Compte tenu de la limitation du mailleur de l'outil de simulation utilisé (HFSS), la simulation d'antenne de quelques centimètres avec l'épaisseur de métal de 200 nm est non-réalisable. Le rapport entre la plus grande dimension de simulation et la plus petite dimension du modèle est limitée à un million.

La théorie de l'effet de peau est modélisée par la formule (A4.1) :

$$\delta_s = \sqrt{\frac{1}{\sigma \pi f \mu_0 \mu_r}} \quad (\text{A4.1})$$

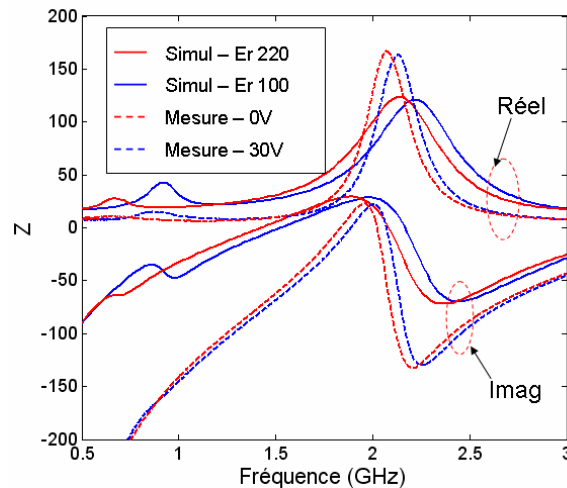
Où  $\delta_s$  est l'épaisseur de peau,  $\sigma$  est la conductivité du métal,  $\mu_0$  et  $\mu_r$  sont respectivement la perméabilité du vide et du métal.

Dans notre cas, pour la conductivité de cuivre ( $\sigma = 5,8 \cdot 10^7$ ), on obtient  $\delta_s \sim 2,2 \mu\text{m}$  à 1 GHz. Cette épaisseur est environ dix fois plus grande que l'épaisseur réelle de la métallisation dans notre circuit d'antenne.

D'après la formule (A4.1), l'épaisseur de peau est proportionnelle avec la racine carrée de la conductivité. Aussi, nous proposons de baisser la conductivité du métal d'un rapport 100 et garder l'épaisseur du métal de 2  $\mu\text{m}$  (augmentation d'un rapport 10) afin de simuler l'effet de

conductivité limitée lié à l'épaisseur de peau. L'objectif est de réaliser une simulation avec un pseudo modèle équivalent reproduisant le même phénomène que dans le cas où l'épaisseur du métal est de 200 nm.

Avec l'hypothèse mentionnée précédemment, une rétro-simulation avec une épaisseur du métal de 2  $\mu\text{m}$  et une conductivité de  $5,8 \cdot 10^5$  a été réalisée. Les valeurs de permittivité de la couche mince BST sont estimées à partir des résultats de la mesure capacité locale (Chapitre V, paragraphe V.3.1), et sont de 220 et 100 pour la tension DC de 0 et 30 V respectivement.



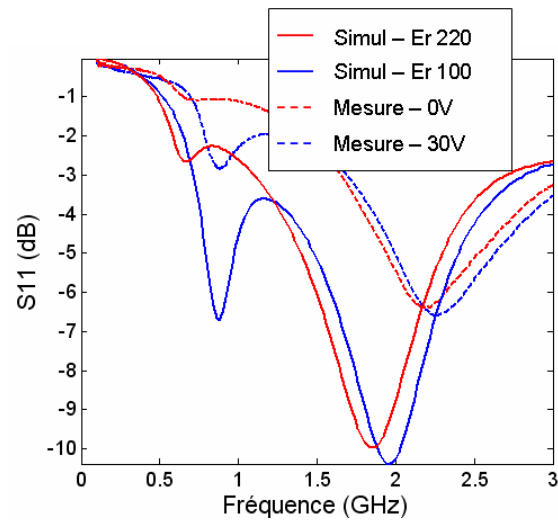
**Figure A4-2 – Rétro simulation comparée à la mesure pour l'effet de peau. Plan de référence au bout de ligne micro ruban**

La comparaison entre l'impédance mesurée et rétro-simulée est présentée sur la Figure A4-2. Une similitude entre des courbes et les fréquences de résonance associée aux états du champ statique est montrée. Cela nous conforte dans notre analyse sans toutefois valider le modèle simpliste proposé.

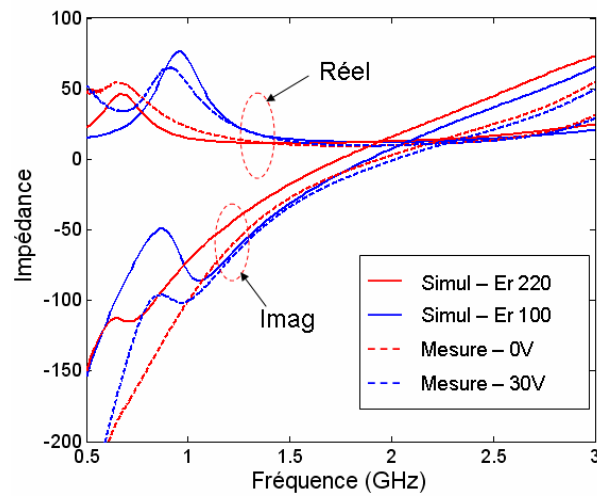
## A4.2. Augmentation de l'épaisseur de la ligne microruban

Pour confirmer les perturbations liées à la faible épaisseur de métallisation sur l'impédance d'antenne, nous avons essayé d'augmenter l'épaisseur de la ligne d'excitation sur le prototype en utilisant du scotch de cuivre. Son épaisseur est estimée d'environ 100  $\mu\text{m}$ .

La comparaison des résultats de mesure avec la rétro simulation est montrée sur les Figures suivantes. Sur la Figure A4-3, on observe mieux la première résonance de l'antenne qui conduit à une zone d'adaptation d'impédance. Par contre, l'adaptation de l'antenne n'est pas optimisée, due à une impédance capacitive (Figure A4-4). Ce comportement est prévisible compte tenu des dimensions réduites de la fente et de la capacité de charge élevée (de 4 pF à 2 pF). La comparaison simulation - mesure est correcte sans être parfaite. Elle montre les mêmes tendances sous la contrainte du champ statique. Nous remarquons que l'antenne est mieux adaptée à 30 V qu'à 0 V. De plus, en regardant l'impédance d'antenne amenée au centre de la fente, nous trouvons aussi les résonances à 0,67 GHz et 0,92 GHz, soit une agilité de 37 %, pour 0 et 30 V respectivement. Par contre, l'antenne est très capacitive.



**Figure A4-3 – Coefficient de réflexion d'antenne avec l'augmentation de l'épaisseur du métal, simulation et mesure**



**Figure A4-4 - Impédance d'antenne avec l'augmentation de l'épaisseur du métal, simulation et mesure.**  
*Plan de référence au centre de la fente*







# **ANTENNES MINIATURES ET RECONFIGURABLE UTILISANT DES MATERIAUX DIELECTRIQUES ET FERROELECTRIQUES OXYDES ET OXYNITRURES EN COUCHES MINCES**

## **Résumé**

Face à la volonté d'intégrer une quantité toujours plus importante de nouveaux services au sein des terminaux mobiles de nouvelle génération et afin de répondre à leurs contraintes d'encombrement, des nouveaux concepts d'antennes intelligentes font l'objet de nombreuses recherches. Parmi les solutions possibles, la technique consistant à charger l'antenne par un matériau aux propriétés commandables apparaît particulièrement intéressante puisque elle cumule les effets de miniaturisation et d'agilité. Le travail de cette thèse concerne l'intégration des films minces La-Ti-O-N et Ba-Sr-Ti-O dans des antennes miniatures et agiles en fréquence. Pour cela, une étude systématique des propriétés diélectriques (constante, tangente de pertes et accordabilité) des films La-Ti-O-N a été réalisée en basses et hautes fréquences. Ces propriétés sont fonction des caractéristiques structurales des films, elles-mêmes issues de la nature du substrat utilisé et des conditions de dépôt. En parallèle, une étude sur l'intégration de ces matériaux dans des structures rayonnantes pour atteindre l'agilité souhaitée a été menée. De premiers démonstrateurs d'antennes miniatures et reconfigurables à base des films minces La-Ti-O-N et Ba-Sr-Ti-O ont été réalisés et caractérisés.

**Mots clés :** antennes, miniaturisation, agilité en fréquence, couche minces, diélectrique, ferroélectrique.

---

## **MINIATURIZED AND RECONFIGURABLE ANTENNAS USING DIELECTRIC AND FERROELECTRIC OXYDES AND OXYNITRIDES THIN FILMS**

## **Abstract**

Given the desire to integrate a large number of new services in latest generation of hand held devices and in order to meet their dimensional constraints, new concepts of smart antennas are considered to be the subject of many researches. Among the proposal solutions, the technique of loading the antenna with tunable material is particularly interesting because it combines the effects of miniaturization and tunability. The studies in this thesis focus on the integration of La-Ti-O-N and Ba-Sr-Ti-O thin films in antenna conception for miniaturization and agility in frequency. A study of dielectric properties (permittivity, loss tangent and tunability) of La-Ti-O-N thin films was realized. These properties are found to be depending on the structural characteristics of the thin films, which derived from the nature of the substrate and the deposition conditions. In the meantime, a study for the integration of these materials in radiating structures to achieve agility in frequency was carried out. Demonstrations of miniaturized and reconfigurable antennas based on La-Ti-O-N and Ba-Sr-Ti-O thin films were fabricated and characterized.

**Key words:** antennas, miniaturization, agility in frequency, thin film, dielectric, ferroelectric.